

---

# MASTERARBEIT

---

Herr B.Eng.  
**Patrick Wienecke**

**Untersuchungen zum Rakel-  
verhalten kohäsiver Metall-  
pulver sowie Optimierung  
des Pulveraufzugs für das  
Lasermikrosintern**

Mittweida, 2013



Fakultät  
Maschinenbau

---

# **MASTERARBEIT**

---

## **Untersuchungen zum Rakel- verhalten kohäsiver Metall- pulver sowie Optimierung des Pulveraufzugs für das Lasermikrosintern**

Autor:  
**Herr B.Eng.**

**Patrick Wienecke**

Studiengang:  
**Maschinenbau**

Seminargruppe:  
**MB10w1-M**

Erstprüfer:  
**Prof. Dr.-Ing. Udo Löschner**

Zweitprüfer:  
**Martin Erler, M.Sc.**

Einreichung:  
**Mittweida, 07.06.2013**

Verteidigung/Bewertung:  
**Mittweida, 2013**

## **Master-Thesis**

---

# **Study and optimization of coaling behavior of cohesive metal powder for laser micro sintering**

author:

**Mr. B.Eng.**

**Patrick Wienecke**

course of studies:

**Mechanical Engineering**

seminar group:

**MB10w1-M**

first examiner:

**Prof. Dr.-Ing. Udo Löschner**

second examiner:

**Martin Erler, M.Sc.**

submission:

**Mittweida, 07.06.2013**

defence/ evaluation:

**Mittweida, 2013**

## Bibliografische Beschreibung:

Wienecke, Patrick:

Untersuchungen zum Rakelverhalten kohäsiver Metallpulver sowie Optimierung des Pulveraufzugs für das Lasermikrosintern. 71 Seiten, Hochschule Mittweida, Fakultät Maschinenbau

Masterarbeit, 2013

## Referat:

Die vorliegende Masterarbeit beschäftigt sich mit der Untersuchung des Pulveraufzugs am Ringrakelsystem für das Fertigungsverfahren des Lasermikrosinterns. Zu Beginn werden drei verschiedene Metallpulver charakterisiert und bzgl. des Aufzugsverhaltens bewertet. Zu Anwendung kommen beispielsweise die Untersuchung der Kompressibilität und Fließfähigkeit. Anschließend erfolgen Untersuchungen bzgl. der Abhängigkeiten der Prozessparameter. Zu diesen zählen u. a. die Rakelgeschwindigkeit, aber auch die Oberflächenstrukturen der verwendeten Komponenten. Zum Schluss soll es mit Hilfe der Erkenntnisse möglich sein, eine Optimierung des Pulveraufzugs bzgl. der Generierung höherer Bauraten zu erreichen.

# Inhalt

<b>Inhalt .....</b>	<b>I</b>
<b>Abbildungsverzeichnis .....</b>	<b>IV</b>
<b>Tabellenverzeichnis .....</b>	<b>VII</b>
<b>Formelzeichen und Abkürzungen .....</b>	<b>VIII</b>
<b>1      Einleitung.....</b>	<b>1</b>
1.1      Hintergrund und Motivation .....	1
1.2      Ziele der Arbeit .....	4
<b>2      Stand der Technik .....</b>	<b>5</b>
2.1      Entwicklung des Ringrakels.....	5
2.2      Neue Rakelsysteme .....	7
<b>3      Grundlagen und Untersuchungsschwerpunkte .....</b>	<b>9</b>
3.1      Allgemeines.....	9
3.1.1      Makro- und mikroskopische Betrachtung von Pulvern .....	9
3.1.2      Haftkräfte und deren Abhängigkeiten .....	10
3.1.3      Unterschiedliche Dichtearten von Pulvern .....	12
3.2      Pulver .....	13
3.2.1      Auswahl der Pulver .....	13
3.2.2      Bestimmung der Partikelform .....	14
3.2.3      Partikelgröße und -verteilung.....	15
3.3      Verdichtung .....	16
3.3.1      Auswahl der zu untersuchenden Drücke .....	16
3.3.2      Versuchsaufbau .....	17
3.4      Rauigkeiten .....	17
3.4.1      Auswahl der Materialparameter.....	18
3.4.2      Herstellung definierter Rauigkeiten.....	18
3.4.3      Messung der Rauigkeiten.....	20

Inhalt	II
3.4.4 Versuchsaufbau .....	20
3.5 Fließeigenschaften .....	21
3.5.1 Auswahl der Verfestigungsspannungen .....	22
3.5.2 Versuchsaufbau .....	22
3.6 Untersuchungen am Ringraket .....	24
3.6.1 Auswahl der Prozessparameter.....	25
3.6.2 Messung der wirkenden Kräfte.....	25
3.6.3 Messung der Homogenität .....	28
3.6.4 Versuchsaufbau .....	30
<b>4 Untersuchungsergebnisse .....</b>	<b>32</b>
4.1 Druckversuche .....	32
4.1.1 Schütt- und Klopfdichte .....	32
4.1.2 Beanspruchung der Pulver mit verschiedenen Drücken .....	34
4.1.3 Einaxiale Verdichtbarkeit und Kompressibilitätsfaktor.....	36
4.1.4 Einfluss des Füllvolumens .....	37
4.1.5 Partikelverformung und Rückfederung .....	38
4.1.6 Einfluss der Geschwindigkeit.....	42
4.2 Einfluss der Oberflächenstrukturen .....	43
4.3 Fließeigenschaften und Wandreibungskoeffizient.....	49
4.3.1 Druckfestigkeit.....	49
4.3.2 Kohäsion .....	50
4.3.3 Reibungswinkel .....	51
4.3.4 Kontaktverfestigungskoeffizient .....	53
4.3.5 Fließfähigkeit.....	53
4.3.6 Wandreibungskoeffizient .....	57
4.4 Kräfte am Ringraket.....	58
4.5 Untersuchung des Pulveraufzugs.....	61
<b>5 Zusammenfassung und Ausblick.....</b>	<b>67</b>
5.1 Zusammenfassung .....	67
5.2 Ausblick.....	69
<b>Literatur .....</b>	<b>72</b>

---

<b>Anlagen</b>	<b>75</b>
A-1      Materialdaten	75
A-2      Ablaufplan des Scherversuchs	76
A-3      Reibversuch	77
A-4      Auswahlkriterien für DMS	78
<b>Selbstständigkeitserklärung</b>	<b>79</b>



## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1-1:	Schematische Darstellung des Sinterprozesses .....	2
Abbildung 1-2:	Darstellung des Pulveraufzugs beim Ringraket.....	3
Abbildung 2-1:	Darstellung des Ringrakelsystems.....	6
Abbildung 2-2:	Schematische Darstellung des Hubrakels.....	7
Abbildung 2-3:	Schematischer Aufbau des Dom-Verdichters.....	8
Abbildung 3-1:	Schematische Darstellung der unterschiedlichen Betrachtungs- weise von Pulvern.....	10
Abbildung 3-2:	Haftkräfte und deren Abhängigkeiten.....	11
Abbildung 3-3:	REM - Aufnahmen der untersuchten Pulver .....	14
Abbildung 3-4:	Grafische Auswertung der Partikelgrößenverteilung .....	15
Abbildung 3-5:	Vergleich der Oberflächenprofile der Wandproben .....	19
Abbildung 3-6:	Versuchsaufbau zur Ermittlung der Auswirkung unterschiedlicher Rauigkeiten auf die Reibkräfte .....	21
Abbildung 3-7:	Schematischer Aufbau des Scherversuchs mit dem Schergerät ....	23
Abbildung 3-8:	Schematische Darstellung der untersuchten Rakelformen.....	24
Abbildung 3-9:	Abbildung der drei Verschiedenen Messmethoden .....	25
Abbildung 3-10:	Schematische Darstellung der Beanspruchungen des Rakelarms .....	26
Abbildung 3-11:	Applikation des DMS am bearbeiteten Rakelarm.....	27
Abbildung 3-12:	Darstellung der inakzeptablen Fehler beim Pulveraufzug .....	28
Abbildung 3-13:	Programmoberfläche der Auswertesoftware .....	29
Abbildung 3-14:	Abgebildet ist der Versuchsaufbau .....	30
Abbildung 3-15:	Edelstahlscheiben zur Pulveraufnahme .....	31
Abbildung 4-1:	Vergleich der relativen Dichte von Edelstahl.....	35
Abbildung 4-2:	Untersuchung des Dichteverlaufs von Edelstahlpulver.....	35
Abbildung 4-3:	Einfluss des Füllvolumens auf die relative Dichte.....	37
Abbildung 4-4:	Vergleich der berechneten Spannung mit der effektiven Spannung. ....	38
Abbildung 4-5:	Überprüfung der plastischen Verformung nach dem Druckversuch.....	39

Abbildung 4-6:	Abhängigkeit der relativen Rückfederung vom Druck.....	41
Abbildung 4-7:	Abhängigkeit der Rückfederung von unterschiedlichen Füllvolumina .....	42
Abbildung 4-8:	Abhängigkeit der Kompressibilität von der Geschwindigkeit .....	42
Abbildung 4-9:	Reibungskoeffizient in Abhängigkeit der Rautiefe .....	43
Abbildung 4-10:	Vergleich der Oberflächenprofile zwischen verschiedenen Schleifprozessen .....	44
Abbildung 4-11:	Einflussfaktoren des Oberflächenprofils auf die Haft- und Reibkräfte .....	45
Abbildung 4-12:	Reibungskoeffizient in Abhängigkeit von der Rautiefe .....	46
Abbildung 4-13:	Oberflächenprofil von Keramik nach dem Schleifen .....	46
Abbildung 4-14:	Auffälligkeiten beim Reibversuch .....	47
Abbildung 4-15:	Druckfestigkeit .....	49
Abbildung 4-16:	Kohäsion .....	51
Abbildung 4-17:	Innerer Reibungswinkel .....	52
Abbildung 4-18:	Effektiver Reibungswinkel.....	52
Abbildung 4-19:	Kontaktverfestigungskoeffizient .....	53
Abbildung 4-20:	Fließfähigkeit .....	54
Abbildung 4-21:	Dichtegewichtete Fließfähigkeit .....	55
Abbildung 4-22:	Relative Fließfähigkeit .....	56
Abbildung 4-23:	Vergleich der Wandreibungskoeffizienten.....	57
Abbildung 4-24:	Vergleich der wirkenden Kräfte während des Pulveraufzugs in Abhängigkeit von der Geschwindigkeit .....	59
Abbildung 4-25:	Vergleich der wirkenden Kräfte während des Pulveraufzugs von Edelstahl in Abhängigkeit verschiedener Drücke .....	60
Abbildung 4-26:	Vergleich des Pulveraufzugs mittels Keilraket in Abhängigkeit der verschiedenen Pulver .....	62
Abbildung 4-27:	Vergleich des Pulveraufzugs von Edelstahl mittels Standardraket in Abhängigkeit von der Anzahl der Überfahrten.....	63
Abbildung 4-28:	Vergleich des Pulveraufzugs von Edelstahl in Abhängigkeit von der Raketgeschwindigkeit und vom Druck.....	64
Abbildung 4-29:	Vergleich des Pulveraufzugs beim Keilraket mit Hilfe der relativen Häufigkeit .....	65
Abbildung 5-1:	Funktionstest des Dom - Verdichters.....	70

---

Abbildung 5-2:	Simulation mit Hilfe der diskreten Elemente Methode .....	71
Abbildung A-1:	Schematische Darstellung und Beschreibung des Ablaufs beim Scherversuch zur Bestimmung der Fließfähigkeit .....	76
Abbildung A-2:	Beispiel der grafischen Auswertung des Reibversuchs .....	77
Abbildung A-3:	Übersicht über Auswahlkriterien für DMS .....	78

## Tabellenverzeichnis

Tabelle 3-1:	Übersicht der zu untersuchenden Pulver .....	13
Tabelle 3-2:	Vergleich der Partikelform und -größe der untersuchten Pulver.....	16
Tabelle 3-3:	Vergleich der maximalen Kräfte und den daraus resultierenden Drücken.....	17
Tabelle 3-4:	Übersicht der erzielten Rauigkeitskennwerte $R_a$ und $R_z$ .....	20
Tabelle 4-1:	Übersicht der absoluten und relativen Schütt- bzw. Klopfdichten.....	32
Tabelle 4-2:	Vergleich des Reibungskoeffizienten mit dem Kompressibilität .....	33
Tabelle 4-3:	Relative Dichten in Abhängigkeit vom Druck und von der Art der Befüllung .....	34
Tabelle 4-4:	Einaxiale Verdichtbarkeit V und Kompressibilitätsfaktor K.....	36
Tabelle 4-5:	Vergleich der Rückfederung der verschiedenen Pulver. ....	40
Tabelle 4-6:	Bewertung der der Fließfähigkeit von Pulvern [11, 22] .....	54
Tabelle 4-7:	Bewertung der rel. Fließfähigkeit von Pulvern [6] .....	56
Tabelle 4-8:	Kräfte in Abhängigkeit der Rakelform und Geschwindigkeit.....	58
Tabelle 4-9:	Kräfte in Abhängigkeit der Pulver. ....	59
Tabelle 4-10:	Kräfte in Abhängigkeit der Pulver und zusätzlichen Gewichte .....	60
Tabelle A-1:	Datensammlung der verwendeten Pulver .....	75
Tabelle A-2:	Datensammlung der verwendeten Wandmaterialien .....	75

## Formelzeichen und Abkürzungen

Formelzeichen	Bedeutung	Einheit
$c, \tau_c$	Kohäsion	kPa
$d_{50}$	Partikelgröße (50. Perzentil)	$\mu\text{m}$
$ff_c$	(Allgemeine) Fließfähigkeit	-
$ff_\rho$	Dichtebehaftete Fließfähigkeit	-
$s$	Standardabweichung	$\mu\text{m}$
$s^2$	Varianz	$\mu\text{m}^2$
$v$	Rakelgeschwindigkeit	mm/min
$\tilde{x}$	Median	$\mu\text{m}$
$\bar{x}$	Arithmetischer Mittelwert	$\mu\text{m}$
$F_R$	Reibkraft	N
$F_N$	Normalkraft	N
$IQR$	Interquartilsabstand	$\mu\text{m}$
$K$	Kompressibilitätsfaktor	-
$R_a$	Arithmetischer Mittenrauwert	-
$R_z$	Gemittelte Rautiefe	-
$V$	Einaxiale Verdichtbarkeit	%
$a$	Absorptionsgrad der Wand	%
$\kappa$	Kontaktverfestigungskoeffizient	-
$\lambda$	Horizontallastverhältnis	-
$\mu$	Reibungskoeffizient	-
$\mu_w$	Wandreibungskoeffizient	-
$\rho_a$	Schüttdichte	$\text{g/cm}^3$
$\rho_i$	Pulverdichte beim Druck von $i$ kPa	$\text{g/cm}^3$
$\rho_{max}, \rho_{min}$	Maximale und minimale Dichte	$\text{g/cm}^3$

$\rho_t$	Klopfichte	$\text{g/cm}^3$
$\rho_w$	Dichte von flüssigem Wasser	$\text{g/cm}^3$
$\sigma_{max}, \sigma_{min}$	Maximaler und minimaler Druck	kPa
$\sigma_1$	Verfestigungsspannung	kPa
$\sigma_c$	Druckfestigkeit	kPa
$\varphi_i$	Innerer Reibungswinkel	°
$\varphi_e$	Effektiver Reibungswinkel	°

**Abkürzungen**

DEM	Diskrete Elemente Methode
DMS	Dehnungsmesstreifen
FEM	Finite Elemente Methode
POM	Polyoxymethylen, Polyacetal
REM	Rasterelektronenmikroskop
RSL	Rotational Split Level
SiC	Siliziumkarbid
STL	Surface Tessellation Language
UV	Ultraviolett

# 1 Einleitung

## 1.1 Hintergrund und Motivation

In der Industrie nimmt die Nachfrage an hochfesten Werkstoffverbindungen, wie z. B. Wolframlegierungen, auf Grund wachsender Produktanforderungen stetig zu. So sind Standzeiterhöhungen von Werkzeugen oder schnellere Vorschubgeschwindigkeiten infolge besserer mechanischer Eigenschaften wichtige Faktoren für die Kostensenkung während der Fertigung. Jedoch ist die Herstellung dieser Werkstoffverbindungen mit den üblichen Prozessen, wie z. B. dem Gießen, meist mit einem sehr hohen Energieaufwand verbunden bzw. technisch gar nicht erst möglich. Daraufhin hat sich im Bereich des Urformens das Verfahren des Sinterns mehr und mehr durchgesetzt. Beim klassischen Ablauf des Sinterprozesses werden die Werkstoffverbindungen in Form von makroskopischen Pulvern bereitgestellt und unter hohem Druck zu einem sogenannten Grünling gepresst. Anschließend erfolgt eine Wärmebehandlung, bei der Temperaturen unterhalb des Schmelzpunktes genügen, um eine feste Werkstoffverbindung zu schaffen.

Die Vorteile beim Sintern liegen, neben der Verarbeitung komplizierter Werkstoffpaarungen, vor allem in der hohen Maßhaltigkeit, einer Materialausbeute von fast 100 %, einem hohen Reinheitsgrad und beispielsweise einen um 40 % geringeren Energieaufwand gegenüber Spanen [1]. Doch der klassische Sinterprozess hat nicht nur positive Aspekte vorzuweisen. So werden für das Pressen des Grünlings teure Formen benötigt. Auch die teils sehr hohen Presskräfte erfordern kostenintensive Anlagen. Der größte Nachteil liegt jedoch in der realisierbaren Geometrie, welche nur einfache Formen und keine Hinterschneidungen zulässt. Daraufhin hat sich aus dem Ansatz der Stereolithografie, welche in den 80er Jahren ihren Ursprung hat, das selektive Lasersintern entwickelt [2]. Neben der großen Gestaltungsfreiheit steigt zudem der Bedarf an mikrostrukturierten Bauteilen oder die Integration von Mikrokomponenten, wie z. B. Sensoren. Um auch diesem Gebiet des Lasersinterns gerecht zu werden, wird schon seit vielen Jahren am Laserinstitut der Hochschule Mittweida der Prozess des Lasermikrosinterns erforscht [3, 4, 25, 28].

Schwierigkeiten ergaben sich jedoch bei der Realisierung hoher Prozessgeschwindigkeiten. So können zum aktuellen Zeitpunkt Bauraten von lediglich  $300 \text{ mm}^3/\text{h}$  erreicht werden. Demgegenüber ermöglicht der Feinguss Bauraten von  $6.000 \text{ mm}^3/\text{h}$  [Extrude Hone]. Einflussnehmende Faktoren beim Lasermikrosintern sind dabei die Beschichtungs- (Pulveraufzug) und Sinterzeit, welche in etwa die gleiche Zeit in Anspruch nehmen. In bisherigen Projekten [3, 28] konnte die benötigte Sinterzeit infolge der Verwendung der Zweistrahl - Technologie um einen Faktor  $> 10$  gesteigert werden. Beim Pulveraufzug konnte bis zum aktuellen Zeitpunkt noch keine deutliche Zeitersparnis erzielt

werden. Um ein besseres Verständnis der Problematik zu ermöglichen, wird in den folgenden Absätzen das Verfahren des Lasermikrosinterns erläutert.

Zu Beginn wird die gewünschte Geometrie eines Bauteils mit Hilfe einer CAD Software erstellt und in das STL - Format übertragen. Bei der Übertragung der 3D - Daten in dieses Format, wird das gesamte Bauteil in mehrere horizontale Schichten zerlegt. Dabei müssen, wie bei der Herstellung von Gussteilen, mehrere Parameter hinterlegt werden, welche für ein maßhaltiges Ergebnis notwendig sind. So ist beispielsweise das Schwundmaß zu berücksichtigen, welches durch den Volumenverlust beim Sintern hervorgerufen wird. Den Schichten entnimmt die Lasersoftware schließlich die zu bearbeitende Kontur.

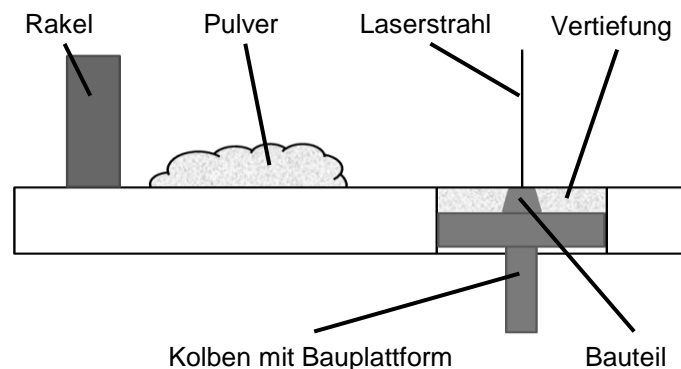


Abbildung 1-1: Schematische Darstellung des Sinterprozesses

Nachdem die Geometriedaten der Laseranlage bereitgestellt wurden, erfolgt der für die vorliegende Arbeit entscheidende Prozessschritt des Pulveraufzugs (siehe Abbildung 1-1). Zu Beginn senkt sich die Proben- bzw. Bauplattform entsprechend der vorgegebenen Schichtdicke herab. Beim Lasermikrosintern beträgt diese üblicherweise zwischen 10 und 30  $\mu\text{m}$ . Im Anschluss wird das Pulver, welches aus Metall, Keramik oder Kunststoff bestehen kann, mit Hilfe einer Klinge, dem sogenannten Rakel, über die Vertiefung geführt. Bei diesem Vorgang ist es wichtig, dass das Pulver möglichst homogen aufgezogen wird. Dies bedeutet, dass in dem aufgezogenen Volumen keine flächige oder linienförmige Fehlstellen auftreten dürfen. Weiterhin ist es notwendig, dass die Pulverschicht eben mit der Grundplatte abschließt. So führt eine höhere bzw. niedrigere Schichtdicke nach dem Sintern zu einem Dichteunterschied im Bauteil, der die mechanischen Eigenschaften erheblich beeinträchtigen kann. Der Pulveraufzug muss zum aktuellen Zeitpunkt so oft wiederholt werden, bis das Ergebnis keine Fehler aufweist. Zum Schluss wird die bereitgestellte Kontur per Laserstrahl gesintert.

Auf Grund der Notwendigkeit homogener und ebener Schichten besitzt der Pulveraufzug einen sehr hohen Anteil an der gesamten Bearbeitungszeit. Zur Veranschaulichung einiger Ursachen für häufige Wiederholungen des Pulveraufzugs dient Abbildung 1-2. In dieser ist einer der zurzeit am Laserinstitut verwendeten und patentierten Ringrakel (PCT-Weltpatent WO 2004076101) während des Sinterns dargestellt.



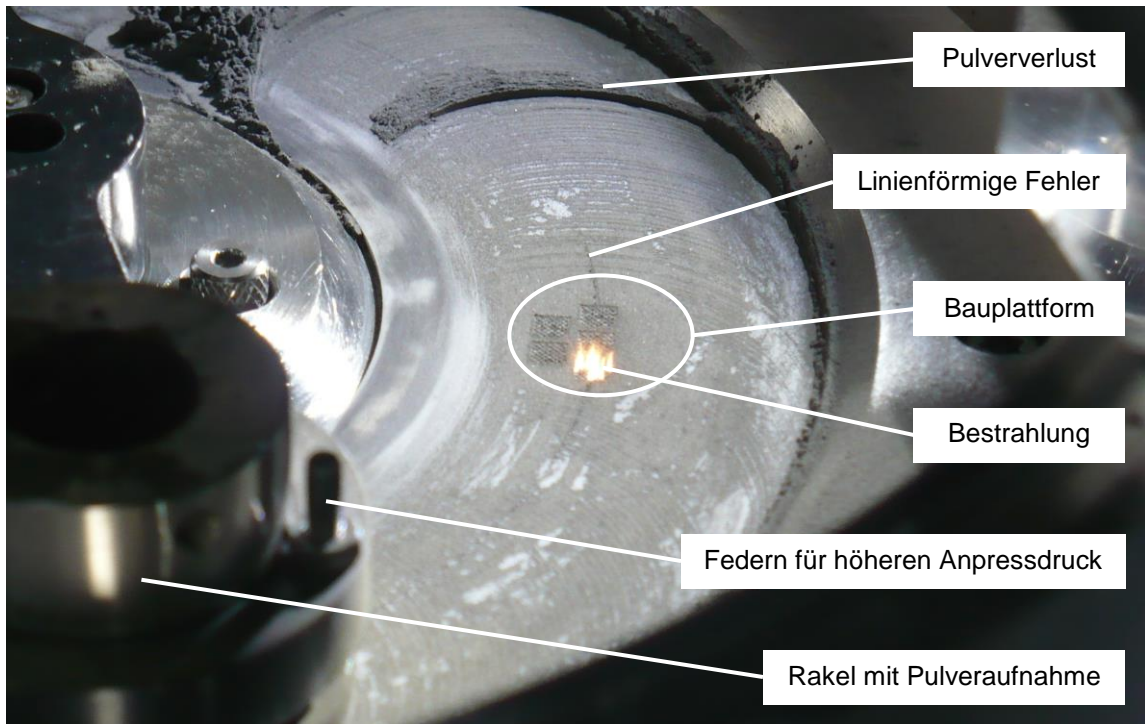


Abbildung 1-2: Darstellung des Pulveraufzugs beim Ringrakel. Benannt sind wichtige Komponenten und einige Ursachen für die Notwendigkeit häufiger Prozesswiederholungen.

Eine der Ursachen für den schlechten Pulveraufzug stellen die beim Lasermikrosintern verwendeten Pulver dar, welche in der Regel eine Partikelgröße von unter  $10\text{ }\mu\text{m}$  besitzen. So hat sich in der Praxis herausgestellt, dass die Qualität der Pulverschicht mit abnehmendem Partikeldurchmesser stetig sinkt. Im späteren Verlauf dieser Arbeit wird sich zeigen, dass die chemischen und mechanischen Haftmechanismen eine der wichtigsten Gründe für dieses Verhalten darstellen. Beispielsweise besitzen die Partikel die Eigenschaft, sich zu großen, nur schwer zu trennenden Haufen anzusammeln. Diese als Agglomerate bezeichneten Ansammlungen führen dazu, dass das Pulver nicht gleichmäßig in die Vertiefung hineinfließt und somit Fehlstellen hinterlässt. Weiterhin begünstigen Agglomerate mögliche Fehler infolge des Abscherens durch den Rakel. Neben der Partikelgröße beeinflussen ebenfalls die verwendeten Werkstoffe und Oberflächenstrukturen der Plattformen und Rakel das Ergebnis des Pulveraufzugs. Unter anderem bestimmen diese die wirkenden Reibkräfte und sind somit auch für den Verschleiß der Komponenten verantwortlich. Dadurch kommt es beispielsweise zu linienförmigen Fehlern, wie es in der Abbildung zu sehen ist. Die letzte Ursache, die hier Erwähnung finden soll, ist ebenfalls der Abbildung zu entnehmen. Auf Grund der instabilen Konstruktion des Ringrakels kann das Pulver unterhalb des Rakels hinweggleiten. Daraufhin kommt es zu einem so starkem Pulververlust, dass der Rakel nicht mehr direkt auf der Grundplatte aufliegt. Dies führt wiederum zu einer höheren Pulverschicht und somit zu unerwünschten Dichteunterschieden im Bauteil. Eine umfangreichere Problembeschreibung des Ringrakels ist im Kapitel 2.1 dokumentiert.

## 1.2 Ziele der Arbeit

Auf Grund der ungenügenden Fortschritte bzgl. der Beschichtungszeit, beschäftigt sich die vorliegende Masterarbeit mit diesem Prozessschritt des Lasermikrosinterns. Um die Ursachen für das teils schlechte Rakelverhalten besser verstehen zu können, werden zunächst die theoretisch beschriebenen Eigenschaften untersucht. So soll mit Hilfe der Auswahl verschiedener Metallpulver der Einfluss der Partikelgröße, -form und -verteilung bestimmt werden. Dabei kommt u. a. die Ermittlung unterschiedlicher Dichtezustände zum Einsatz. Dadurch soll es möglich sein, Rückschlüsse auf die wirkenden Haftkräfte sowie den daraus resultierenden Packungszuständen zu ziehen.

Hinsichtlich neuer Rakelkonzepte sowie der Forderung nach hohen Bauteildichten sollen Druckversuche die Abhängigkeiten der Pulververdichtung aufzeigen. In diesem Zusammenhang ist zu klären, welchen Einfluss der zu Beginn vorherrschende Packungszustand besitzt. Weiterhin sollte es möglich sein, Verfahrensgrenzen bzgl. der einzusetzenden Drücke und Geschwindigkeiten zu bestimmen. Darüber hinaus ist zu klären, welchen Einfluss das Füllvolumen sowie die Rückfederung auf die zu erzielende Schichtdicke besitzen.

Mit Hilfe der Ermittlung verschiedener Fließeigenschaften sollte es möglich sein, die Ursachen für den schlechten Pulveraufzug beim Ringrakel zu bestimmen. Anhand des Wandreibungskoeffizienten sollte wiederum zu erkennen sein, welches Wandmaterial je nach geforderter Pulvermitnahme vorteilhaft ist. Durch die Untersuchung der Reibkräfte von unterschiedlich strukturierten Oberflächen ist dies nochmals zu überprüfen.

Zum Schluss sollen die ermittelten Erkenntnisse beispielsweise anhand verschiedener Drücke und Geschwindigkeiten direkt am Ringrakel nachvollzogen werden. Dazu dient zum einen die Ermittlung der wirkenden Kräfte am Rakelarm und zum anderen die Bewertung der aufgezogenen Pulverschicht. Am Ende soll möglich sein, die Prozessparameter für einen optimierten Pulveraufzug zu bestimmen. Weiterhin dienen die Erkenntnisse als Richtlinien für die Entwicklung neuer Rakelsysteme.

## 2 Stand der Technik

Im ersten Kapitel wurde bereits auf einige Ursachen des schlechten Aufzugsverhaltens der Pulver am Beispiel des Ringrakels hingewiesen. Der Ringraker ist jedoch nicht das erste Rakelsystem, welches am Laserinstitut zum Einsatz kam. Entsprechend dem Ursprung des Lasermikrosinterns entstand das erste Rakelsystem auf Grundlage des Pulveraufzugs von Makropulvern. Dabei wurde jedoch nicht bedacht, dass die kleineren Partikel und dünneren Schichtdicken beim Lasermikrosintern mit den üblichen Aufzugsmechanismen sehr schwer zu handhaben sind. Aus diesem Grund haben sich bereits mehrere Arbeiten [3, 4, 25, 28] mit der Konstruktion neuer Rakelsysteme beschäftigt. In den folgenden Kapiteln soll diese Entwicklung und die dabei auftretenden Probleme kurz erläutert werden.

### 2.1 Entwicklung des Ringrakels

Die Funktionsweise des ersten Rakelsystems kann mit der Beschreibung des Verfahrens des Lasermikrosinterns aus Kapitel 1.1 verglichen werden. So erfolgte der Pulveraufzug linear und mit einem einzelnen Raker, dessen untere Geometrie einer Klinge nachempfunden wurde. Bei Partikeln im Größenbereich ab 100  $\mu\text{m}$  verursacht das vor dem Raker hergetriebene Pulver keine Probleme. Doch die beim Mikrosintern verwendeten Pulver bildeten Agglomerate, welche einen fehlerfreien bzw. homogenen Pulveraufzug verhinderten. Weiterhin wurde das Pulver mit dieser Rakelform kaum verdichtet. Eine Verdichtung besitzt jedoch den Vorteil einer homogenen Dichteverteilung im aufgezogenen Pulver. Dies führt schließlich zu gleichmäßigeren mechanischen Eigenschaften und somit zu einem späteren Versagen des Bauteils.

Auf Grund des schlechten Aufzugsverhaltens des linearen Rakelsystems, wurde am Laserinstitut [25] ein System entwickelt, bei dem das Pulver in einem geschlossenen Behälter (Ringraker) geführt wird (siehe Abbildung 2-1). Bei der Fahrt des Rakels über die Bauplatzform, fließt das Pulver ähnlich dem ersten System infolge der Schwerkraft in die Vertiefung. Während diesem Vorgang wird der Raker weiterhin verfahren, sodass das Pulver anschließend geschert wird. Diesbezüglich wurden verschiedene Formen der unteren Rakelgeometrie untersucht [25]. Dabei hat sich ergeben, dass eine breite Auflagefläche im Zusammenspiel mit einer zusätzlichen Normal- bzw. Druckkraft in Form von Druckfedern die besten Ergebnisse liefert. Dadurch konnten die gebildeten Agglomerate zerstört und das Pulver zusätzlich verdichtet werden. Bei der späteren Untersuchung der wirkenden Kräfte und der Homogenität wird zur Überprüfung dieser Aussage noch einmal auf die verschiedenen Rakelformen zurückgegriffen.

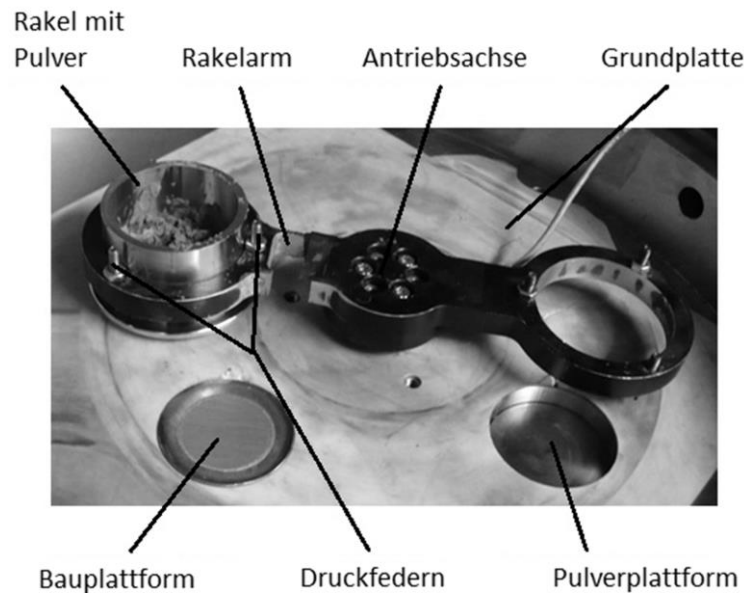


Abbildung 2-1: Darstellung der Komponenten des Ringrakelsystems

Eine weitere Änderung gegenüber dem ursprünglichen Rakelsystem betraf den Bewegungsablauf. So vollzieht der Rakel mit Hilfe einer Halterung (Rakelarm), welche durch einen Schrittmotor angetrieben wird, eine kreisförmige Bewegung. In der Folgezeit wurde der Aufbau u. a. für die Bearbeitung von Nanopulvern bzw. für die Verwendung zwei verschiedener Sintermaterialien weiterentwickelt [4]. Der Aufbau des letztgenannten Verwendungszwecks wurde schließlich für die Untersuchungen in dieser Arbeit verwendet und ist der Abbildung 2-1 zu entnehmen. Anhand der Schilderungen bzgl. der Ursachen für den schlechten Pulveraufzug, konnte bereits gezeigt werden, dass auch das Ringrakelsystem Schwächen aufweist. So führt u. a. die instabile Konstruktion des Ringrakels, bzw. dessen Aufnahme am Rakelarm, zu einem so hohen Pulververlust, dass das Aufzugsverhalten negativ beeinflusst wird. Diese Instabilität ist jedoch notwendig, um Verkantungen des Rakels ausgleichen zu können.

Ein weiterer Nachteil des Ringrakels besteht in der Verschleißanfälligkeit, der durch die zusätzliche Druckkraft noch verstärkt wird. So verursacht der Rakel mit jeder Bewegung einen Abrieb der Grundplatte. Dieser Effekt ist in der Abbildung 2-1 anhand der Spuren auf der hellen Keramikplatte zu erkennen. Die dunkle Färbung kommt von den verwendeten Pulvern, da diese an den Poren der Oberfläche hängenbleiben. Weiterhin bildet sich eine wellenförmige Struktur aus, die zu inhomogenen Schichten führt (siehe Abbildung 1-2). Ein Grund dafür könnte im Pulververlust liegen. Dieser verursacht einen Widerstand gegen die Rakelbewegung, sodass verstärkt ein Verkanten des Rakels hervorgerufen und das Pulver somit nicht vollständig mitgenommen wird.

Zum aktuellen Zeitpunkt sind die genannten Probleme zwar bekannt, eine Lösung konnte jedoch noch nicht gefunden werden. So muss für jeden Fertigungsverfahren die Rotationsgeschwindigkeit des Rakels so lange getestet werden, bis das Ergebnis zufriedenstellend ist. Weiterhin kommen mittlerweile Gewichte zum Einsatz, die einen

zusätzlichen Druck auf das Pulver ausüben. Dies hat zwar einen positiven Effekt auf das Aufzugsverhalten, doch muss auch dies für jeden Fertigungsverfahren neu eingestellt werden.

## 2.2 Neue Rakelsysteme

Ein von *Taubenheim* [4] entwickeltes Rakelsystem griff auf den ursprünglichen linearen Bewegungsablauf zurück. Anstelle eines steilen Rakels nutzte er jedoch den bereits verwendeten Ringrakel, der zusätzlich zur linearen Bewegung rotierte. Eine Verbesserung des Aufzugsverhaltens konnte er mit dieser Variante jedoch nicht erzielen. Aus diesem Grund werden zurzeit am Laserinstitut mit dem Hubrakel und Dom-Verdichter zwei neue Rakelsysteme entwickelt, die im Folgenden vorgestellt werden.

Die Besonderheit des Hubrakelsystems besteht darin, dass das Pulver während des Rakelprozesses ständig unter Druck steht. Um dies zu gewährleisten, wurde die Bau- und Pulverplattform direkt nebeneinander angeordnet. Der Druck wird mit Hilfe eines Linearaktuators realisiert, welcher später durch Pneumatikzylinder unterstützt werden soll. Als Gegendruck dient der Rakel selbst.

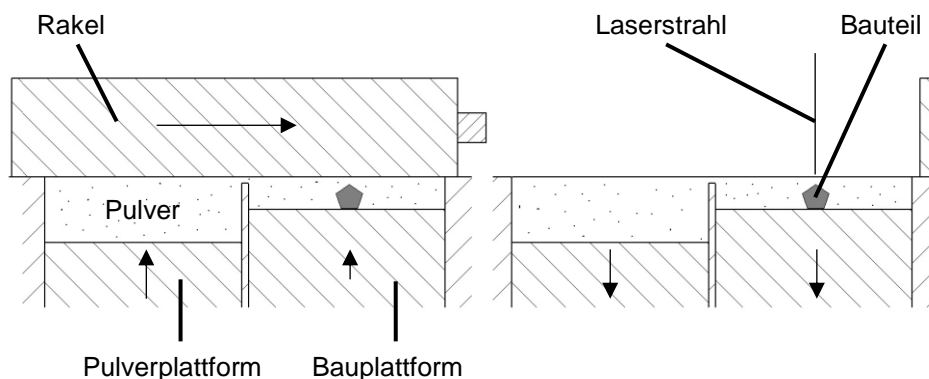


Abbildung 2-2: Schematische Darstellung des Hubrakels. Links: Ausgangszustand  
Rechts: Endzustand. Das Pulver wird unter hohem Druck auf der Bauplattform abgeschert.

Auf der linken Seite der Abbildung 2-2 ist der Ausgangszustand des Pulveraufzugs dargestellt. Zu Beginn befindet sich der Rakel über den zwei Plattformen, sodass das Pulver mittels der Pulverplattform unter hohem Druck verdichtet werden kann. Anschließend fährt der Rakel nach rechts, wobei das Pulver unter der Ausnutzung der Haft- und Reibkräfte über die Bauplattform gezogen wird. Dabei stellt sich die Bauplattform auf die Höhe ein, bei der der Druck auf das Pulver weitestgehend konstant bleibt. Bei der weiteren Fahrt des Rakels wird das Pulver abgeschert, wodurch eine konstante Schichtdicke erzielt werden soll. Zur Reduzierung des Pulververlusts werden die Plattformen vor der Rückfahrt des Rakels nach dem Sinterprozess herabgefahren (Abbildung 2-2, rechts). Der Vorteil des Hubrakelsystems liegt darin, dass infolge der hohen Drücke, Bauteile mit sehr hohen Dichten gefertigt werden können. Es ist jedoch

zu klären, ob das Verhalten der Pulver unter dem Einfluss der hohen Drücke den Aufzug fördert oder behindert.

Die Funktionsweise des zweiten Rakelsystems beruht ebenfalls auf dem Einsatz hoher Drücke, ist jedoch stärker von der Kompressibilität und den Fließeigenschaften der Pulver abhängig. Warum dies der Fall ist, soll nun Anhand der schematischen Darstellung in Abbildung 2-3 erläutert werden.

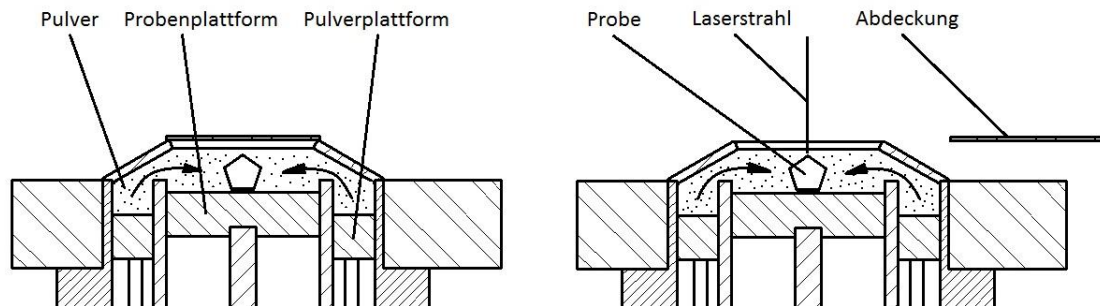


Abbildung 2-3: Schematischer Aufbau des Dom-Verdichters

Im Zentrum des Aufbaus befindet sich die Bauplattform, welche von der Pulverplattform umschlossen wird. Infolge der vertikalen Bewegung der Pulverplattform, soll das Pulver über die Schräge auf die Bauplattform abgelenkt werden. Daraus resultieren zwei kritische Verdichtungszone, welche die Funktionsweise des Systems maßgeblich bestimmen. Zum einen muss gewährleistet werden, dass das Pulver trotz der Verjüngung durch die Schräge auf der Bauplattform bewegt werden kann. Die zweite Verdichtungszone befindet sich direkt auf der Bauplattform. So ist es für einen fehlerfreien Sinterprozess notwendig, dass das Pulver über die gesamte Fläche homogen verteilt ist. Damit das Pulver besser verdichtet und zusätzlich der Pulververlust minimiert werden kann, wird der Aufbau mit einer Abdeckung verschlossen. Diese muss für den Sinterprozess jedoch wieder entfernt werden. Entsprechend der Form des Aufbaus und der Verdichtung des Pulvers wird das Rakelsystem als Dom-Verdichter bezeichnet. Ein Vorteil des Dom-Verdichters liegt u. a. in der vergleichsweise kompakten Bauform, welche größtenteils von der maximalen Baugröße abhängig ist. Weiterhin kann auf Grund des geschlossenen Systems der Pulververlust weitestgehend ausgeschlossen werden, sodass die Bearbeitungszeit infolge weniger Nachfüllvorgänge reduziert werden kann.

## 3 Grundlagen und Untersuchungsschwerpunkte

### 3.1 Allgemeines

Die Untersuchung von Pulvern spielt nicht nur in der Sintertechnologie eine wichtige Rolle. Schon weitaus länger wird sich mit dem Verhalten von Partikeln im Lager- und Transportwesen unter der wissenschaftlichen Bezeichnung der Schüttguttechnik beschäftigt. Die Partikelgrößen liegen dabei zwischen wenigen Mikrometern, wie bei der Lagerung von Mehl, bis hin zu einigen Zentimetern, welche bei der Förderung von Geröll vorkommen. Die Bezeichnung Pulver definiert sich dabei aus der Partikelgröße die zwischen einem Mikrometer und einem Millimeter beträgt [1]. Auf Grund der Eigenart des Verhaltens von Pulvern ist es möglich, viele der theoretischen und praktischen Untersuchungen der Eigenschaften auf sämtliche Partikelgrößen anzuwenden. Unter anderem kommt zum Tragen, dass die Anzahl der Partikel nur einen geringen Einfluss auf das Fließverhalten besitzt. Dies zeigt sich z. B. bei der konstanten Fließgeschwindigkeit von Sanduhren [5]. Weiterhin ist der Rakelprozess dem Verfahren der Schüttguttechnik zuzuordnen, sodass in den nächsten Kapiteln auf diesen Zweig der theoretischen Grundlagen zurückgegriffen wird [11, 12, 14].

#### 3.1.1 Makro- und mikroskopische Betrachtung von Pulvern

Die theoretische Betrachtung der wirkenden Spannungen und die daraus zu erzielenden Rückschlüsse auf die Fließeigenschaften von Pulvern, wurde erst in den 50er Jahren durch *Jenike* [16] ermöglicht. Die Schwierigkeit bei der Betrachtung von Pulvern liegt u. a. darin, dass deren Verhalten auf äußere Beanspruchung stets unterschiedliche Auswirkungen verursacht. Hinzu kommt, dass aus Untersuchungen am gesamten Pulver (makroskopisch) andere Rückschlüssen gefolgert werden können, als wenn einzelne Volumina (mikroskopisch) herangezogen werden. Dies soll nun anhand eines Gedankenmodells erläutert werden.

Ausgangspunkt ist ein nach oben und unten hin offener Behälter, welches mit Pulver befüllt ist und in vertikaler Richtung belastet wird, ähnlich dem Pressen einer Tablette. Das linke Quadrat in der Abbildung 3-1 stellt die makroskopische Betrachtung dar, das Rechte wiederum die Mikroskopische. Durch die Ermittlung der resultierenden horizontalen Spannungen, ergibt sich das Horizontallastverhältnis  $\lambda = \sigma_h / \sigma_v$ . Dieses liegt bei Pulvern in der Regel zwischen 0,3 und 0,6. Bei Newtonschen Flüssigkeiten ergibt sich ein Verhältnis von eins, da sich die Spannung bzw. der Druck in gleichem Maße allseitig ausbreitet. Festkörper hingegen deformieren sich in der Regel beim Wirken einer Kraft, sodass extern keine Horizontalkräfte messbar sind und sich somit ein Horizontallastverhältnis von Null ergibt [6]. Anhand der ermittelten Spannungen kann somit geschlossen werden, dass ein Pulver umso besser fließt, desto größer sein Horizon-

tallastverhältnis ist. Das diese Aussage nicht ohne weiteres für die tatsächliche Fließfähigkeit des Pulvers herangezogen werden kann, hängt unter anderem mit der Messmethode zusammen. Denn je nachdem, wie das Pulver in den Behälter befüllt wird, ergibt sich eine unterschiedliche Anordnung der Partikel, im Folgenden Packungszustand genannt. Die Ursachen für dieses Verhalten können mit Hilfe der mikroskopischen Betrachtung erläutert werden.

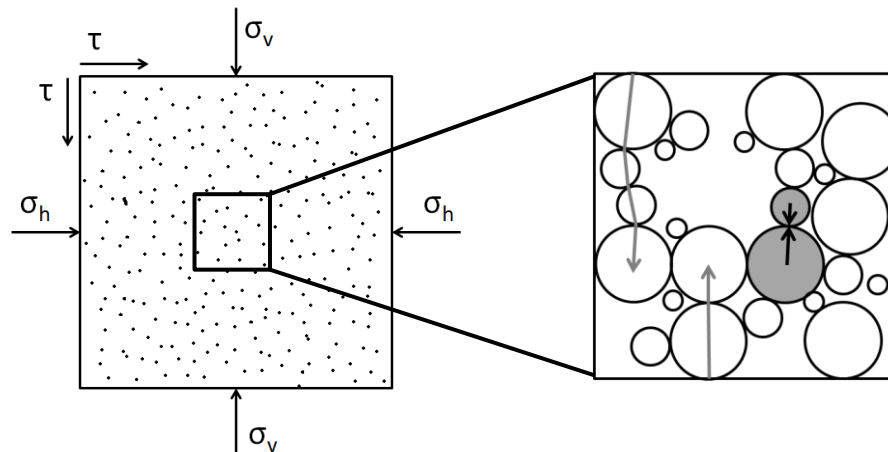


Abbildung 3-1: Schematische Darstellung der unterschiedlichen Betrachtungsweise von Pulvern. Links, Makroskopisch: Durch die Ermittlung der äußeren Spannungsverhältnisse lässt sich das Verhalten der Pulver grob bewerten. Rechts, Mikroskopisch: Mit Hilfe von Kraftlinien (graue Pfeile) und Haftkräften (schwarze Pfeile) ist eine bessere Bewertung des Pulvers zu erzielen.

Im rechten Quadrat ist ein kleiner Ausschnitt aus dem aufgefüllten Pulver abgebildet. In diesem sind die einzelnen Partikel, hier kugelförmig bzw. sphärisch, in einer Vielzahl unterschiedlicher Partikelgrößen vorzufinden. Weiterhin ist zu erkennen, dass die Hohlräume je nach der Verteilung und Größe der Partikel unterschiedliche Ausmaße besitzen. Dies führt dazu, dass sich Ebenen mit langen bzw. kurzen, auch als Kraftlinien bezeichnete Kontaktreihen bilden. Da Hohlräume keinen Widerstand gegen äußere Kräfte besitzen, bewegen sich Ebenen kurzer Kraftlinien leichter in die bevorzugte Richtung. Beim Befüllen eines Behälters kann die Ausrichtung dieser Ebenen jedoch nicht beeinflusst werden, sodass die Auswirkungen einer äußeren Beanspruchung stets unvorhersehbar sind. Bei der Untersuchung der Pulververdichtung im Kapitel 4.1 ist dieser Aspekt noch einmal nachzuvollziehen.

### 3.1.2 Haftkräfte und deren Abhängigkeiten

Neben dem Verhalten gegenüber äußerer Beanspruchungen spielen ebenfalls die vorherrschenden Haftkräfte eine wichtige Rolle bei der zu erwartenden Fließfähigkeit der Pulver. Dies zeigt sich am Beispiel von Tafelkreide, deren Funktionsweise erst durch die Haftkräfte ermöglicht wird. Im Gegensatz zu dieser Anwendung, bei der sich die Haftkräfte als Vorteil erweisen, kommt es beim Aufzug des Pulvers zu teils erheblichen Problemen. Welche Ursachen dem zu Grunde liegen, wird in diesem Kapitel beschrieben.



Rumpf [12] und Schubert [13] haben bzgl. der Abhängigkeiten der Haftkräfte mehrere Untersuchungen durchgeführt, welche im Folgenden für ein besseres Verständnis der Schwierigkeiten beim Pulveraufzug auf der Grundlage von Schulze [11] zusammengefasst werden. Die Haftkräfte beruhen hauptsächlich auf den Mechanismen der Van-der-Waals und elektrostatischen Kräfte. Bei hohen Luftfeuchtigkeiten kommt es zudem zur Bildung von Flüssigkeitsbrücken, deren Kapillareffekt die größten Haftkräfte verursacht. Sämtliche Haftkräfte sind dabei vom Abstand zwischen den einzelnen Partikeln (Kohäsion) bzw. zwischen Partikel und Wandoberfläche (Adhäsion) abhängig. Mit zunehmender Entfernung nehmen diese jedoch unterschiedlich stark ab (siehe Abbildung 3-2 a). Grundsätzlich gilt, je dichter der Packungszustand des Pulvers ist, desto größer ist der Widerstand gegenüber dem sogenannten Fließen.

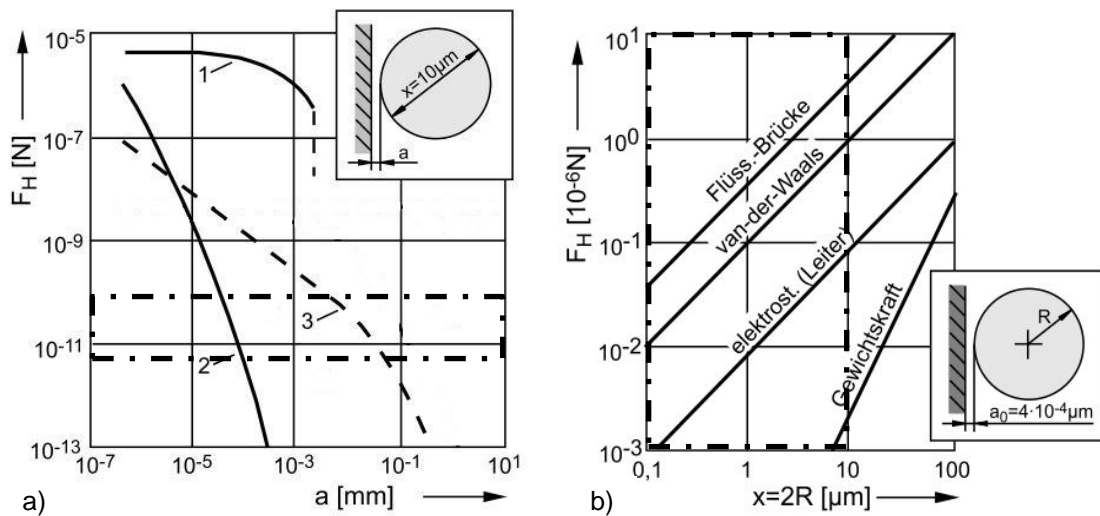


Abbildung 3-2: Haftkräfte und deren Abhängigkeiten [11] a) Abhängigkeit der Haftkraft vom Abstand zwischen einem Partikel und einer Wandoberfläche. Der markierte Bereich beschreibt die Gewichtskraft der am Häufigsten verwendeten Pulver (1 Flüssigkeitsbrücke 2 Van-der-Waals-Kraft 3 Elektrostatische Kraft) b) Abhängigkeit der Haftkraft von der Partikelgröße. Dem markierten Bereich sind die typischen Partikeldurchmesser zu entnehmen.

Neben dem Partikelabstand ist die Haftkraft ebenfalls von der Partikelgröße abhängig. So steigt die Gewichtskraft proportional zur dritten Potenz des Durchmessers an und führt dazu, dass die Haftkräfte ab einem gewissen Punkt überschritten werden. Anhand der Abbildung 3-2 b ist zu schlussfolgern, dass die Partikelgröße bei einem Abstand von 0,1 nm, was näherungsweise einem Kontakt darstellt, mehrere hundert Mikrometer betragen muss, um die Haftkräfte zu überwinden. Umgekehrt kann daraus geschlossen werden, dass die Haftkräfte umso stärker zunehmen, je kleiner die Partikel sind. Dies wurde bereits beim Aufzug von Nanopulvern nachvollzogen.

Die Rauigkeit der Partikel und Wandoberflächen ist die letzte Abhängigkeit, die hier Erwähnung finden soll. So führt eine hohe Rauigkeit dazu, dass sich der Abstand zwischen einem Partikel und beispielsweise einer Oberfläche vergrößert. Daraus resultiert schließlich eine Reduzierung der Haftkraft. Besitzt eine der Oberflächen jedoch eine so hohe Rauigkeit, dass dessen Hügel den Einfluss eines Partikels annehmen, so erhö-

hen sich wiederum die Haftkräfte. Auf Grund der kleinen Partikel, die beim Lasermikrosintern zum Einsatz kommen, ist dieser Effekt jedoch nicht zu erwarten. Die Wandoberflächen hingegen besitzen aus fertigungstechnischen Gründen Rauigkeiten zwischen einem und zehn Mikrometern. Aus diesem Grund steht diese Abhängigkeit im Mittelpunkt einer späteren Untersuchung.

### 3.1.3 Unterschiedliche Dichtearten von Pulvern

In den bisherigen Kapiteln wurde des Öfteren auf die Dichte von Pulvern hingewiesen. Der Grund dafür besteht u. a. darin, dass mit Hilfe der Dichte Schlussfolgerungen auf den aktuellen Packungszustand eines Pulvers gezogen werden können. Weiterhin spielt die Dichte neben den Haupt- und Schubspannungen eine wesentliche Rolle bei der Bestimmung der Fließeigenschaften.

Die Dichte wird dabei in zwei Arten unterteilt. Am häufigsten kommt die Schüttdichte (auch Füllichte) zur Anwendung, welche direkt nach dem Befüllen eines Behälters bestimmt wird. Die Schüttdichte ist dann wichtig, wenn die Pulver nicht durch einen äußeren Druck belastet werden sollen. Es wird somit der natürlich Zustand des Pulvers beschrieben, der sich auf Grund der wirkenden Haftkräfte und Partikelgrößenverteilung einstellt. Die Ermittlung der Schüttdichte wird nach DIN EN ISO 3923 durchgeführt. Dabei wird das zu untersuchende Pulver in einen Behälter mit bekanntem Volumen gleichmäßig eingefüllt und das überstehende Pulver mit einer geraden Schneide abgestreift. Anschließend wird das Füllgewicht bestimmt und daraus die Schüttdichte berechnet.

Die zweite Art der Dichte wird als Klopfdichte bezeichnet und wird ähnlich der Schüttdichte ermittelt. Der Unterschied liegt in einem Klopfvorgang nach der Befüllung des Behälters. Durch diesen Vorgang, welcher in DIN EN ISO 3953 definiert ist, verringert sich auf Grund der Überwindung der Haft- und Reibkräfte im Normalfall das benötigte Volumen. Da auch bei der Klopfdichte kein äußerer Druck aufgebracht wird, dient das Ergebnis der Messung als Rückschluss für die dichteste Packung des Pulvers. Die Klopfdichte findet auch dann Anwendung, wenn das Pulver bereits eine Vorgeschichte besitzt, z. B. durch einen Druckvorgang. In diesem Fall ist eine Volumenzunahme zu verzeichnen, wobei das Ergebnis in beiden Fällen vergleichbar ist.

Im Gegensatz zur möglichen Annahme, dass die Dichte eines Pulvers mit Abnahme der Partikelgröße durch eine bessere Ausnutzung des Raumes steigt, gilt die Aussage, dass die Dichte eines Pulvers umso niedriger ist, desto kleiner die Partikel sind. Der Grund dafür ist u. a. die höhere Kontaktanzahl. Infolge der wirkenden Haft- und Reibkräfte wird dadurch ein Fließen der Partikel behindert, was schließlich zu einem größeren Hohlraumvolumenanteil führt [9, 11].

## 3.2 Pulver

In Kapitel 3.1.1 wurde bereits auf den Einfluss unterschiedlicher Partikel hingewiesen. Dabei spielten die Partikelgröße und -verteilung eine entscheidende Rolle bei der Bildung von Kraftlinien. Diese beeinflussen neben der Aufnahme von Drücken auch die Anzahl der Kontaktstellen und somit die wirkende Gesamthaftkraft. In diesem Kapitel werden nun die für die Untersuchung genutzten Pulver vorgestellt.

### 3.2.1 Auswahl der Pulver

Ein häufiges Problem bei der Auslegung von Rakelsystemen, sind die unterschiedlichen Anforderungen durch die verwendeten Pulver. Beim Lasermikrosintern gibt es beispielsweise keine standardisierten Partikelgrößen oder Formen, da diese von den Anforderungen an die Eigenschaften des zu fertigenden Werkstücks abhängen. So beeinflusst die Wahl der Partikel u. a. die Festigkeitseigenschaften oder die Luftdurchlässigkeit. Auf Grund der Spezialisierung bzgl. des Lasermikrosinterns kann die Auswahl der Partikelgröße auf unter zehn Mikrometer beschränkt werden. Schließlich wurden drei Pulver gewählt, die diesen Bereich in Größe und Form möglichst gut abdecken (siehe Tabelle 3-1).

Pulver	Hersteller	Partikelgröße lt. Hersteller
Edelstahl	Nanoval	7,4 µm
Molybdän	Alfa Aesar	3-7 µm
Wolfram	Treibacher	0,7 µm

Tabelle 3-1: Übersicht der zu untersuchenden Pulver.  
Nähere Informationen bzgl. der Materialdaten sind der Anlage A-1 zu entnehmen.

Bei der Begutachtung der Pulververpackung fiel auf, dass bei allen Herstellern die Angaben zur Größe, Form und Verteilung nur unzureichend deklariert sind. So ist es z. B. nicht möglich mittels Datenblatt auf die Partikelform zu schließen. Ebenfalls lässt die Angabe der Partikelgröße keine Schlussfolgerungen auf die hauptsächlich vorzufindenden Partikel zu. Somit ist ein Vergleich zwischen den Pulvern nicht ohne weiteres möglich. Eine Ursache dafür liegt u. a. in der Filterung der Partikel. Bei größeren Partikeln kann eine Homogenisierung der Pulver mit Sieben erreicht werden. Doch auf Grund der unzureichenden Genauigkeit der benötigten Lochgrößen sowie der wirkenden Haftkräfte können Siebe für Mikropulver nicht eingesetzt werden [9]. Die Hersteller versuchen deshalb, die Pulver schon während des Herstellungsprozesses auf die geforderten Werte einzustellen [7, 8, 9]. Dadurch ist es jedoch bei jeder Charge erforderlich, die Pulver diesbezüglich zu untersuchen. Am Laserinstitut dient dazu der Partikelgrößenanalysator S3500 Bluewave der Firma Microtrac. Auf Grund der Funktionsweise des Partikelgrößenanalysators war es jedoch zuerst notwendig, die Partikelform zu ermitteln.

### 3.2.2 Bestimmung der Partikelform

Die Ermittlung der Partikelform wurde mit einem Rasterelektronenmikroskop (REM) realisiert. Die entsprechenden Aufnahmen sind der Abbildung 3-3 zu entnehmen. Alle drei Bilder wurden bei 5.000-facher Vergrößerung aufgenommen, sodass auch die Vergleichbarkeit untereinander möglich ist. Es ist zu erkennen, dass die Edelstahlpartikel (a) eine sphärische Form, die von Wolfram (c) und Molybdän (b) dagegen eine spratzige bzw. amorphe Form besitzen. Weiterhin ist anhand der Bilder festzustellen, dass die Streubreiten der Pulver voneinander abweichen. Beispielsweise besitzen die kleinsten Molybdänpartikel eine ähnliche Größe wie die von Wolfram. Bei den größten Partikeln ist hingegen ein deutlicher Unterschied zu erkennen. So sind bei Molybdän Partikelgrößen von mehreren Mikrometern festzustellen, wohingegen bei Wolfram eine vergleichsweise homogene Verteilung vorherrscht. Dies führt wiederum zu einer unterschiedlichen Ausprägung der unerwünschten Agglomerate (Abbildung 3-3). Das Wolframpulver bildet großflächige verzweigte Gruppierungen, wobei sich die kleineren Molybdänpartikel um deren Größere anhäufen und es somit zu Mischagglomeraten kommt. Im späteren Teil dieser Arbeit ist zu klären, ob diese unterschiedliche Ausprägung einen Einfluss auf den Aufzug einer homogenen Pulverschicht besitzt.

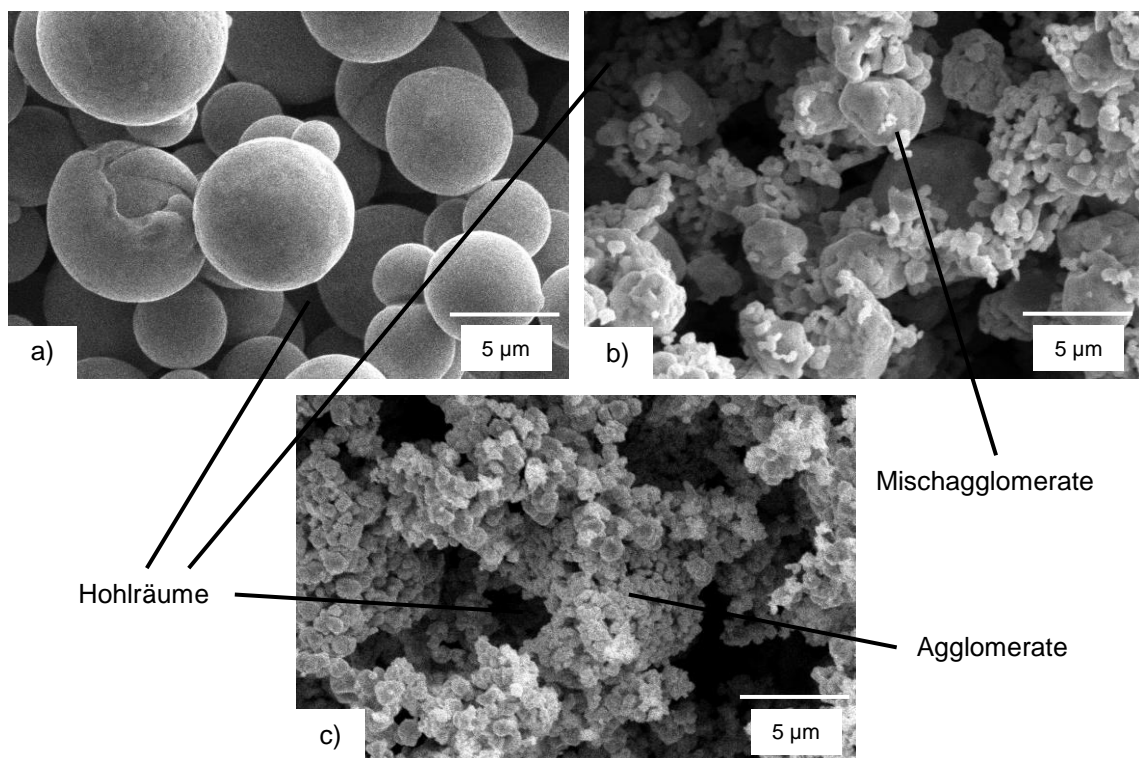


Abbildung 3-3: REM - Aufnahmen der untersuchten Pulver zur Bestimmung der Partikelform.  
a) Edelstahl (sphärisch) b) Molybdän (amorph) c) Wolfram (amorph)  
Die Pulver weisen eindeutige Unterschiede in der Partikelgröße, -form und -verteilung auf. Dies führt zu unterschiedlichen Ausprägungen bzgl. der Agglomeratbildung und Hohlraumanteile.

### 3.2.3 Partikelgröße und -verteilung

Nachdem die Partikelform ermittelt wurde, konnte nun die Untersuchung der Partikelgröße und -verteilung mit dem Partikelgrößenanalysator erfolgen. Die Funktionsweise beruht dabei auf der Detektion der Lichtstreuung von mehreren auf das Pulver auftreffenden Laserstrahlen [29]. Der Partikelgrößenanalysator bietet im Anschluss drei verschiedene, als Mengenart bezeichnete Auswertungsmethoden an. Die Unterschiede bestehen in der Bezugsgröße der Verteilung. Diese sind mit der Partikelanzahl, -volumen und -fläche nach DIN ISO 9276 genormt und werden über die Microtrac Flex Software bereitgestellt. In Abbildung 3-4 ist die grafische Auswertung für die Verteilung nach der Partikelanzahl dargestellt. Beim Vergleich der einzelnen Verteilungen ist folgendes zu erkennen:

- Das Edelpulver besitzt im Schnitt die größten Partikel.
- Die Verteilung des Molybdänpulvers stimmt mit der REM - Aufnahme überein. Ein großer Anteil der Partikel ist unter einem Mikrometer groß und führt zu den beobachteten Mischagglomeraten.
- Auch beim Wolframpulver kann die homogene Verteilung, zumindest unterhalb eines Mikrometers, nachvollzogen werden.
- Das Edelpulver besitzt mit einer gaußähnlichen Form eine andere Verteilungskurve als Molybdän und Wolfram. Die Ursache besteht im unterschiedlichen Herstellungsverfahren. So wird Edelstahl gasverdüst [7, 9], Molybdän und Wolfram hingegen über ein Reduktionsverfahren gewonnen [8, 9].

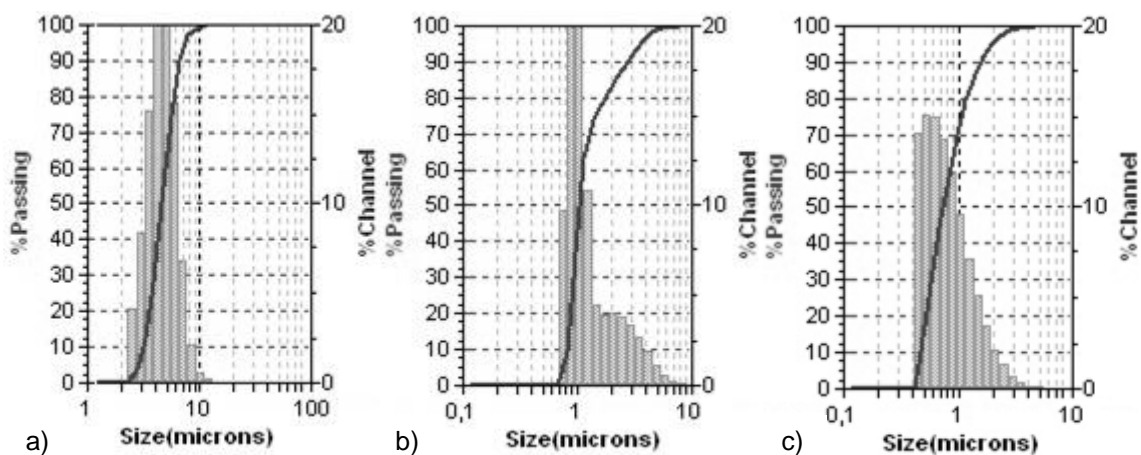


Abbildung 3-4: Grafische Auswertung der Partikelgrößenverteilung nach DIN ISO 9276  
Abgebildet ist die Verteilung der Partikelanzahl von a) Edelstahl b) Molybdän und c) Wolfram

Neben der grafischen Auswertung werden ebenfalls die Werte für einzelne Perzentile der Verteilungssummen (schwarzer Graph) ausgegeben. Der Angabe eines Perzentils kann entnommen werden, wie viel Prozent der Partikel kleiner oder gleich dem angegebenen Wert entsprechen. In Tabelle 3-2 sind die Partikelformen sowie die Partikelgrößen

ßen der untersuchten Pulver für das 50. Perzentil der jeweiligen Mengenart zusammengefasst. Beim Vergleich der Werte mit denen aus der Tabelle 3-1 ist festzustellen, dass die tatsächlichen Partikelgrößen zum Teil von den Herstellerangaben abweichen. Speziell beim Molybdänpulver weichen die Werte deutlich voneinander ab. So sind fast 90 % der Partikel kleiner als die angegebene 3 µm. Weiterhin ist nicht genau ersichtlich, welche Mengenart für die Angabe der Partikelgröße verwendet wurde.

Pulver	Partikelform	Partikelgrößenverteilungen		
		Volumen	Anzahl	Fläche
Edelstahl	Sphärisch	7,04 µm	4,16 µm	5,80 µm
Molybdän	Amorph	4,75 µm	1,42 µm	4,15 µm
Wolfram	Amorph	2,93 µm	0,85 µm	2,59 µm

Tabelle 3-2: Vergleich der Partikelform und -größe der untersuchten Pulver.  
Die Partikelgrößen sind für unterschiedliche Mengenarten aufgelistet (DIN ISO 9276).  
Die angegebenen Werte entsprechen jeweils dem 50. Perzentil.

### 3.3 Verdichtung

Bei der Verwendung von Pulvern wird meist die Betrachtung der elastischen und plastischen Verformung der Partikel vernachlässigt, da diese nur einen geringen Einfluss auf die Fließeigenschaften besitzen. Deshalb spielt bei der Charakterisierung der Pulver die makroskopische Betrachtung eine größere Rolle [11]. Diese beinhaltet beispielsweise die Dichteänderung infolge einer äußeren Beanspruchung oder die Bestimmung der Kompressibilität. Da die Verformung der Partikel beim Aufzug der kleinen Schichtdicken durchaus einen Einfluss besitzen kann, soll in dieser Arbeit auch auf diesen Aspekt eingegangen werden.

#### 3.3.1 Auswahl der zu untersuchenden Drücke

Für die Ermittlung der Verdichtung und Verformung wurden mit Hilfe der Materialprüfmaschine Z010 der Firma Zwick verschiedene Druckversuche durchgeführt. Diese ermöglicht eine Maximalkraft von 10 kN bzw. einen Maximaldruck von 20,5 MPa. Es musste somit vorher geklärt werden, welche Beanspruchungen bei den Rakelprozessen auftreten. Dazu wurden zwei verschiedene Ringrakelgrößen mit den üblichen Zusatzmassen und die beiden neuen Varianten herangezogen. Die Kräfte der Ringrakel ergeben sich aus der Gewichtskraft der Massen, beim Dom-Verdichter und Hubrakel wurden die Werte den Datenblättern der Antriebssysteme entnommen.

Merkmal	Rakel Ø 2,5 cm	Rakel Ø 3,5 cm	Hubrakel	Dom-Verdichter
Maximalkraft	1,875 N	3,183 N	350 N	350 N
Maximaldruck	3,85 kPa	3,37 kPa	218,8 kPa	232,2 kPa

Tabelle 3-3: Vergleich der maximalen Kräfte und den daraus resultierenden Drücken. Die neuen Rakelsysteme arbeiten mit deutlich höheren Drücken. Die Untersuchungen werden jedoch hauptsächlich im niedrigeren Druckbereich durchgeführt.

Zusätzlich zu den wirkenden Kräften sind in Tabelle 3-3 im Bezug zu den jeweiligen Flächen auch die resultierenden Drücke aufgelistet. Auf Grund dieser Normierung kann eine bessere Vergleichbarkeit der einzelnen Systeme erzielt werden. So ist zu sehen, dass bei den beiden Ringrakel ähnliche Drücke auftreten. Weiterhin ist zu erkennen, dass bei den neuen Systemen um ein vielfaches höhere Drücke vorzufinden sind. Hier sei jedoch angemerkt, dass die genannten Werte lediglich das Maximum der eingesetzten Komponenten widerspiegeln. Da die Untersuchungen vorrangig für die Prozessparameter des Ringrakels dienen sollen, wurden mit 12,3, 20,5, 41,1 82,1 und 246,4 kPa vergleichsweise kleine Drücke gewählt.

### 3.3.2 Versuchsaufbau

Das Pulver wurde in einen Behälter mit einem Durchmesser von 25 mm eingefüllt, wobei die zwei verschiedenen Füllvorgänge, welche bereits bei der Schütt- und Klopfdichte angewandt wurden, wieder zum Einsatz kamen. Dies soll am Ende zeigen, ob und inwiefern es ein Unterschied ergibt, das Pulver locker oder geklopft einzufüllen. Anschließend wurde zur Bestimmung der Dichte das Füllgewicht ermittelt. Mit Hilfe eines Stempels wurde das Pulver schließlich mit den einzelnen Drücken belastet, wobei nach jeder Belastung ein neuer Füllvorgang durchgeführt wurde.

## 3.4 Rauigkeiten

Die wichtigsten Einflussfaktoren auf das Fließen von Pulvern sind die bereits genannten Haft- und Reibkräfte, welche zum einem zwischen den Partikeln und zum anderen zwischen Partikel und Wandoberfläche wirken. Beide Kräfte sind dabei von den jeweiligen Materialparametern bzw. der Oberflächenbearbeitung abhängig. Meist wird für die Bewertung der Fließfähigkeit lediglich auf die Haftkräfte eingegangen, welche mit Hilfe von Rasterkraftmikroskopen ermittelt werden können. Da diese Untersuchungen jedoch keine Rückschlüsse auf mögliche Prozessparameter bieten, wurde sich auf die Ermittlung der Reibung beschränkt, wobei der entsprechende Versuchsaufbau auch für weitere Aussagen bzgl. des Aufzugsverhaltens von Nutzen ist.

Wie bereits angemerkt, ist die Reibung von mehreren Faktoren abhängig, so spielen laut *Rump* [15] drei Materialparameter eine wesentlich Rolle. Diese fasst er als Oberflächenenergie, Elastizitätsparameter und Rauigkeit zusammen. Die Oberflächenenergie

gie definiert dabei die Kraft, welche notwendig ist, um zwei Körper voneinander zu trennen. Daraus ist zu schlussfolgern, dass höhere Werte das Fließen erschweren und somit beim Pulveraufzug verhindert werden sollten. Der Elastizitätsparameter ergibt sich aus dem Elastizitätsmodul und der Querkontraktionszahl und beschreibt die Verformbarkeit der Materialien. Dieser Wert ist deshalb wichtig, da weichere Materialien stärker verformt werden und somit die Kontaktfläche, aber auch die Kontaktanzahl vergrößert wird. Wie bereits aus Kapitel 3.1.2 bekannt ist, führt diese Annäherung zur Erhöhung der Haftkräfte und somit auch zur Verstärkung der Reibung.

Auch der Einfluss der Rauigkeit wurde bereits in Kapitel 3.1.2 erläutert. So verursacht eine hohe Rauigkeit einen größeren Abstand zwischen den Körpern, sodass Haftkräfte bis zu einem gewissen Punkt sinken. Doch die Rauigkeit hat noch einen weiteren Einfluss, denn sie ist dafür verantwortlich, dass sich Partikel verhaken oder gar eingeschlossen werden und somit das Fließen behindern. Für eine niedrige Reibung ist somit zu schlussfolgern, dass die Partikel und die Wandoberflächen solche Rauigkeiten besitzen, dass deren Abstand möglichst groß ist, die Partikel jedoch nicht eingeschlossen werden können. Um diesem Widerspruch auf den Grund zu gehen, werden schließlich die Auswirkungen unterschiedlicher Rauigkeiten untersucht.

### 3.4.1 Auswahl der Materialparameter

Zu Beginn war zu klären, welche Materialparameter untersucht werden sollen. Mit Edelstahl und Keramik wurden die am häufigsten in den Anlagen eingesetzten Materialien gewählt (Werkstoffbezeichnung siehe Anlage A-1). Weiterhin waren noch die zu untersuchenden Rauigkeiten zu bestimmen. Da die Oberfläche der Pulver bereits durch das Herstellungsverfahren festgelegt ist, konnten diesbezüglich keine Variationen gewählt werden. Bei den Wandproben waren zwei Faktoren zu beachten. Zum einen mussten sich die gewählten Rauigkeiten im Bereich der Partikelgröße bewegen, damit die Möglichkeit der Verhakung untersucht werden konnte und zum zweiten sollte die Oberflächenbearbeitung ohne großen Aufwand reproduzierbar sein. Der Grund dafür liegt im Verschleiß der Materialien, weswegen in regelmäßigen Abständen ein Austausch stattfinden muss. Die Rauigkeiten wurden schließlich mit einer gemittelten Rautiefe  $R_z$  von 0,2 bis 10  $\mu\text{m}$  festgelegt.

### 3.4.2 Herstellung definierter Rauigkeiten

Für die Erzeugung der Rauigkeiten kamen nach ersten Abwägungen zwei Verfahren in Frage. Bei der ersten Variante werden die Oberflächen mit unterschiedlichem Schleifpapier behandelt, was eine einfache und kostengünstige Lösung darstellt. Die Probleme liegen dabei in den fehlenden Anhaltspunkten, welche Rauigkeiten mit welchem Schleifpapier erreicht werden. Weiterhin ist eine gute Reproduzierbarkeit nicht zu gewährleisten, da der Schleifprozess einen undefinierten Abtrag hervorruft. So kann der arithmetische Mittenrauwert  $R_a$  zwischen zwei bearbeiteten Oberflächen zwar identisch



sein, das Profil hingegen vollkommen anders aussehen. Daraus resultiert wiederum ein anderes Reibverhalten.

Die zweite Variante stellt den Abtrag mittels UV-Laser dar. Auf Grund der sehr guten Positioniergenauigkeit des Laserstrahls können definierte und reproduzierbare Oberflächenstrukturen geschaffen werden. Das Problem hierbei liegt jedoch in der Nachbehandlung. So hat sich gezeigt, dass die Ränder der Proben sehr scharfkantig wurden und somit ohne eine weitere Behandlung höhere Reibungen und Riefen verursachten. Weiterhin hat sich ergeben, dass das Oberflächenprofil zwar eine periodische Rauigkeit besitzt, im Vergleich zu einer geschliffenen Probe jedoch deutlich welliger ist (siehe Abbildung 3-5). Dies reduziert wiederum den Einfluss des Rauigkeitsprofils, sodass sich für die Oberflächenbearbeitung mittels Schleifpapier entschieden wurde. Dabei kam für Edelstahl Siliziumkarbidpapier (SiC) und für Keramik Diamantpapier zum Einsatz.

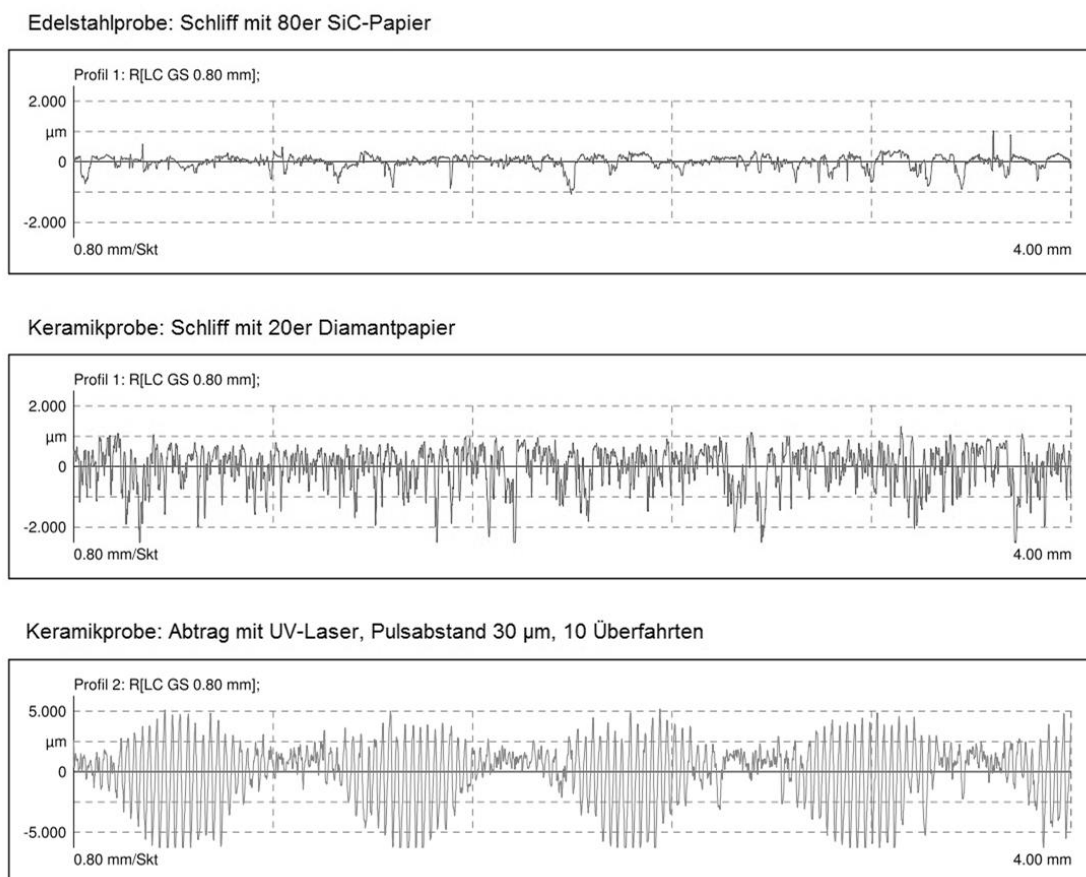


Abbildung 3-5: Vergleich der Oberflächenprofile der Wandproben bzgl. des verwendeten Abtragprozess

### 3.4.3 Messung der Rauigkeiten

Die Messung der erzielten Rauigkeiten wurde nach DIN EN ISO 4288 und mit Hilfe des Profil- und Rauigkeitsmessgeräts MarSurf GD120 der Firma Mahr durchgeführt. Dabei werden je Probe drei Messungen aufgenommen, bei der automatisch die  $R_a$  und  $R_z$  Werte ausgegeben werden. Der Mittenrauwert wird über die ganze Messlänge durch die Beträge der Profilwerte ermittelt, wohingegen bei der Rautiefe die Messlänge in fünf Einzelmessstrecken unterteilt wird. Die jeweiligen Gesamthöhen  $R_t$  werden anschließend gemittelt und ergeben die Rautiefe. In Tabelle 3-4 sind die gewählten Körnungen (SiC für Edelstahl, Diamant für Keramik) und die damit erzielten Rauigkeiten zusammengefasst. Die erste Zeile (k. A.) gibt dabei die Werte für die unbehandelten Wandproben wieder. Damit eine höhere Aussagekraft bzgl. der Pulvermitnahme getroffen werden kann, kamen mit 80er bzw. 20er sehr grobe Schleifpapiere zum Einsatz. So ergaben sich maximale Rautiefen von 1,8  $\mu\text{m}$  bei Edelstahl bzw. 8,3  $\mu\text{m}$  bei Keramik. Je feiner die Körnung, desto niedriger wurde auch die Rauigkeit, jedoch nur bis zu einem gewissen Grenzwert. Dies zeigt sich z. B. bei Keramik, wo sich selbst bei 250er Diamantpapier eine höhere Rauigkeit als beim Grundmaterial einstellt. Bei Edelstahl hingegen, kann die Rauigkeit nur geringfügig erhöht, dafür jedoch stark verringert werden. Der Grund dafür liegt im Schleifprozess an sich, da dessen Grenzen von den verwendeten Schleifmittel und den Festigkeitswerten der Proben abhängig sind. Für die spätere Untersuchung werden deshalb bei den Keramikproben nur die ersten drei Varianten genutzt. Bei Edelstahl kommen alle Proben zum Einsatz, da sich die Oberflächenprofile trotz ähnlicher Rauigkeiten teils stark voneinander unterscheiden.

Edelstahl			Keramik		
Schleifpapier	$R_a$	$R_z$	Schleifpapier	$R_a$	$R_z$
k. A.	0,172 $\mu\text{m}$	1,649 $\mu\text{m}$	k. A.	0,314 $\mu\text{m}$	2,569 $\mu\text{m}$
80 er	0,210 $\mu\text{m}$	1,896 $\mu\text{m}$	20 er	1,179 $\mu\text{m}$	8,335 $\mu\text{m}$
120 er	0,164 $\mu\text{m}$	1,765 $\mu\text{m}$	40 er	0,728 $\mu\text{m}$	5,054 $\mu\text{m}$
320 er	0,059 $\mu\text{m}$	0,446 $\mu\text{m}$	125 er	0,488 $\mu\text{m}$	3,588 $\mu\text{m}$
500 er	0,032 $\mu\text{m}$	0,313 $\mu\text{m}$	250 er	0,299 $\mu\text{m}$	2,604 $\mu\text{m}$
800 er	0,029 $\mu\text{m}$	0,233 $\mu\text{m}$	-	-	-

Tabelle 3-4: Übersicht der erzielten Rauigkeitskennwerte  $R_a$  und  $R_z$

### 3.4.4 Versuchsaufbau

Nachdem die Oberflächenbearbeitung und die daraus erzielten Rauigkeiten vorgestellt wurden, soll nun der Reibversuch beschrieben werden, dessen Aufbau der Abbildung 3-6 zu entnehmen ist. Dieser ist für die Ermittlung der Festkörperreibung konzipiert und musste für die Messung der Pulver überarbeitet werden. So wurden zwei Ringe (1) angeschweißt, in denen das Pulver eingefüllt und gleichmäßig mit einem Spachtel (Ra-

kel) verteilt wird. Für die Halterung der Wandproben wurde ein Aufsatz (2) gefertigt. Dieser Bestand bei einem ersten Versuch aus Edelstahl, musste jedoch durch Kunststoff ersetzt werden, da die Führungsstrebe (3) nicht steif genug war, um ein Gleiten auf dem Pulver zu ermöglichen. Zudem sinkt durch das höhere Gewicht der Abstand zwischen den Partikeln und der Wandprobe, sodass die Reibkraft auf Grund höherer Haftkräfte ansteigt. Nachdem das Pulver eingefüllt und die Probe mit der Halterung platziert ist, wird diese schließlich über die Strebe mit dem Arm (4) des Messgeräts (5) verbunden. In diesem ist eine Kraftmessdose eingebaut, die die auftretenden Reibungskräfte an die Software übermittelt (Beispiel der grafischen Darstellung siehe Anlage A-3).

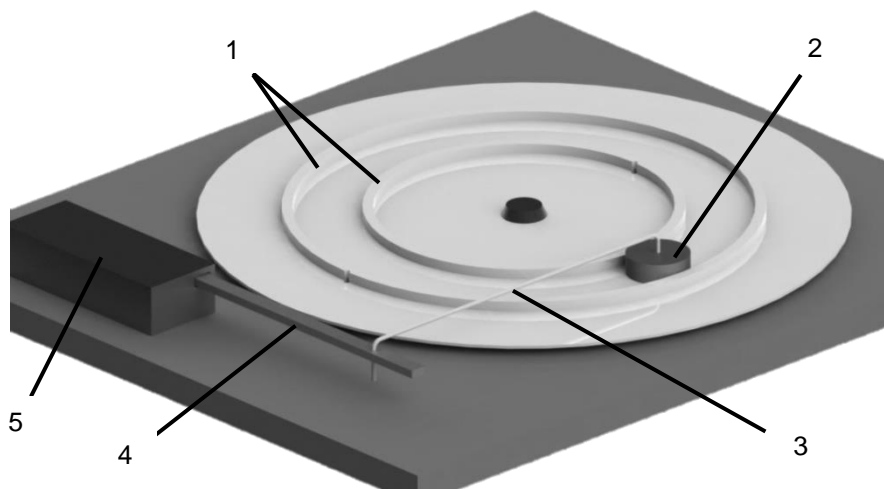


Abbildung 3-6: Versuchsaufbau zur Ermittlung der Auswirkung unterschiedlicher Rauigkeiten auf die Reibkräfte 1) Führungen 2) Probenaufnahme 3) Führungsstrebe 4) Biegebalken 5) Kraftmessdose

### 3.5 Fließeigenschaften

In den vorangegangenen Kapiteln wurde bereits auf eine Vielzahl an Eigenschaften eingegangen, die das Verhalten von Pulvern beeinflussen. Da es jedoch aufwendig ist, bei der Verwendung neuer Pulver jede Untersuchung nochmals durchzuführen, hat sich in der Pulvermetallurgie ein Versuchsaufbau durchgesetzt, der erstmals von *Jenike* im Jahre 1964 vorgestellt wurde [16]. Das dabei von ihm entwickelte Messgerät ist unter der Bezeichnung „Jenike-Scherzelle“ erschienen und ist bis heute eines der am häufigsten eingesetzten Messgeräte [11]. Ziel dieser Untersuchung ist es, das Fließverhalten von Pulvern anhand weniger Kenngrößen und ohne größerem Aufwand zu charakterisieren. Neben der Jenike-Scherzelle gibt es mittlerweile weitere Varianten, deren Funktionsweise sich prinzipiell jedoch kaum unterscheidet. Da solch ein Messgerät nicht am Laserinstitut zur Verfügung stand, wurde für die Ermittlung der Kenngrößen die Firma Shear Test beauftragt.

### 3.5.1 Auswahl der Verfestigungsspannungen

Shear Test verwendet für die Untersuchungen das Schergerät Peschl RSL (Rotational Split Level) der Firma IPT - Industrial Powder Technology. Die Durchführung der Messung unterliegt dabei dem ASTM Standard D 6682, bei dem aus der relativen Dichte, der Normalspannung und der Schubspannung folgende Kenngrößen ermittelt werden:

- Druckfestigkeit  $\sigma_c$
- Kohäsion  $c$  bzw.  $\tau_c$
- Innerer Reibungswinkel  $\varphi_i$
- Effektiver Reibungswinkel  $\varphi_e$
- Kontaktverfestigungskoeffizient  $\kappa$
- Fließfähigkeit  $ff_c$
- Dichtebehaftete Fließfähigkeit  $ff_\rho$  und
- Wandreibungskoeffizient  $\mu_w$

Als Erstes war zu klären, welche Verfestigungsspannungen untersucht werden sollen. Dies hat einen besonderen Stellenwert, da die Fließfähigkeit eines Pulvers von dessen Vorgeschichte bzw. vom Packungszustand abhängig ist. Der Grund dafür liegt u. a. in den sich bildenden Kraftlinien [11]. Durch die einaxiale Vorverdichtung ordnen sich die Pulver entsprechend der Krafteinwirkung so an, dass sie einen hohen Widerstand gegen eine weitere Beanspruchung bilden. Die zu untersuchenden Verfestigungsspannungen wurden schließlich in Zusammenarbeit mit der Firma Shear Test festgelegt, da diese auf einen großen Erfahrungsschatz zurückgreifen kann. Als Grundlage dienten die in Kapitel 3.3.1 ermittelten Drücke. Für die Untersuchungen kamen schließlich Verfestigungsspannungen von eins, drei und fünf Kilopascal zum Einsatz, sodass die Abweichungen beim Pulveraufzug des Ringrakels möglicherweise erklärt werden können. Im Nachhinein hat Shear Test für Edelstahl und Wolfram weitere Untersuchungen durchgeführt, bei denen Verfestigungsspannungen von bis zu 25 kPa verwendet wurden.

### 3.5.2 Versuchsaufbau

Wie bereits erwähnt wurde, verwendet Shear Test für die Untersuchungen das Schergerät Peschl RSL, dessen schematischer Aufbau der Abbildung 3-7 zu entnehmen ist. Zu Beginn wird das zu untersuchende Pulver möglichst gleichmäßig in die Scherzelle eingefüllt und mit einem Spachtel glatt gestrichen. Nachdem die Scherzelle mit dem Deckel, der als Stempel und Messinstrument dient, verschlossen ist, erfolgt die Verdichtung bzw. Vorverfestigung des Pulvers. Anschließend wird die Basiszelle solange in Rotation versetzt, bis die am Deckel gemessene Scherspannung einen konstanten Wert erreicht (Anscheren). Dieser Vorgang ist für die Vergleichbarkeit der Pulver unabhängig. So würden sich auf Grund der vorliegenden Partikelanordnung bei der Vor-

verdichtung unterschiedliche Dichten ergeben. Durch den Scherprozess wird eine Neuordnung der Partikel und damit einhergehend eine verbesserte Homogenisierung ermöglicht. Zu stark verdichtete Pulver werden somit gelockert, porösere wiederum verdichtet. Bei der Untersuchung des Wandreibungskoeffizienten ist ebenfalls diese Prozedur durchzuführen, wobei zwischen Basiszelle und Ringzelle die Wandprobe fixiert wird.

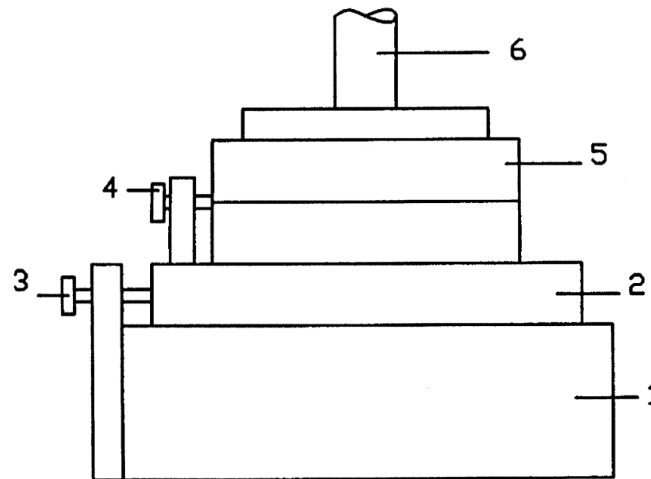


Abbildung 3-7: Schematischer Aufbau des Scherversuchs mit dem Schergerät Peschl RSL  
1) Rotierende Grundplatte 2) Basiszelle 3) Feststellschraube 4) Zentrierschraube 5) Ringzelle  
6) Deckel/Stempel [30]

Der Homogenisierung folgt in vier Schritten die Ermittlung der Normal- und Schubspannungen, welche für die Berechnung der Kenngrößen benötigt werden. Im ersten Schritt wird die Normalspannung aus dem Anscheren beibehalten und die Basiszelle wieder zunehmend geschert (Abscheren). Da sich durch den ruhenden Zustand die Haftkräfte auf Grund von verschiedenen Mechanismen erhöhen, ist eine größere Schubspannung als bei der Homogenisierung erforderlich. Je länger dieser Zustand andauert, desto stärker wirkt sich auch dieser als Zeitverfestigung bezeichnete Effekt aus. *Schulze* [11] benennt u. a. folgende Mechanismen:

- Vergrößerung der Kontaktflächen auf Grund von viskoelastischem Fließen speziell bei unter Druck gelagerten Pulvern
- Bildung von Festkörperbrücken infolge auskristallisierender Feststoffe
- Bildung von Festkörperbrücken nach dem Anlösen von Feuchtigkeit an den Kontaktstellen und anschließender Entfeuchtung durch Diffusion ins Innere

Die maximal gemessene Schubspannung beschreibt die Kohäsion des Pulvers, wobei deren Wert bzgl. der elastischen Verformung kurz vor dem Fließen gemindert werden muss. Bei den weiteren Schritten wird die Normalspannung in definierten Abständen reduziert und erneut die jeweiligen Schubspannungen gemessen. Die Reduzierung der Normalspannung führt dabei zu kleineren Schubspannungen, welche für ein Fließen des Pulvers notwendig sind. Dies ist darauf zurückzuführen, dass sich das Pulver im

Gegensatz zur Vorverfestigung wieder ausdehnt und somit eine Minderung der Haftkräfte resultiert. Sämtliche gemessenen Werte bzgl. der Normal- und Schubspannung, aber auch der Schüttdichte und des Rotationswinkels werden jeweils in Abhängigkeit der Zeit dargestellt. Eine schematische Darstellung der Diagramme inklusive des zeitlichen Ablaufs der Untersuchung ist der Anlage A-2 zu entnehmen. Nach 3 Durchläufen werden aus den gemittelten Werten der Normal- und Schubspannungen mit Hilfe von Mohrschen Spannungskreisen die einzelnen Kennwerte ermittelt [6, 11, 14, 30].

### 3.6 Untersuchungen am Ringrakel

Im ersten und zweiten Kapitel wurden die Nachteile des am Laserinstitut verwendeten Ringrakels aufgezeigt. So kann dem Kapitel 2.1 entnommen werden, dass die Maßnahmen der Geschwindigkeitsanpassung und die Verwendung zusätzlicher Gewichte zwar das Aufzugsverhalten verbessern, jedoch auf Kosten eines erhöhten Pulververlusts. Eine mögliche Ursache dafür, könnte an den höheren Kräften liegen, die auf den Ringrakel wirken. Dies führt dazu, dass sich der Rakel stärker neigt und somit das Pulver leichter unterhalb des Rakels hinweggleiten kann. Um diesen Effekt besser zur Geltung kommen zu lassen, kommt neben dem Standardrakel der bereits im Kapitel 2.1 erwähnte keilförmige Rakel zum Einsatz.

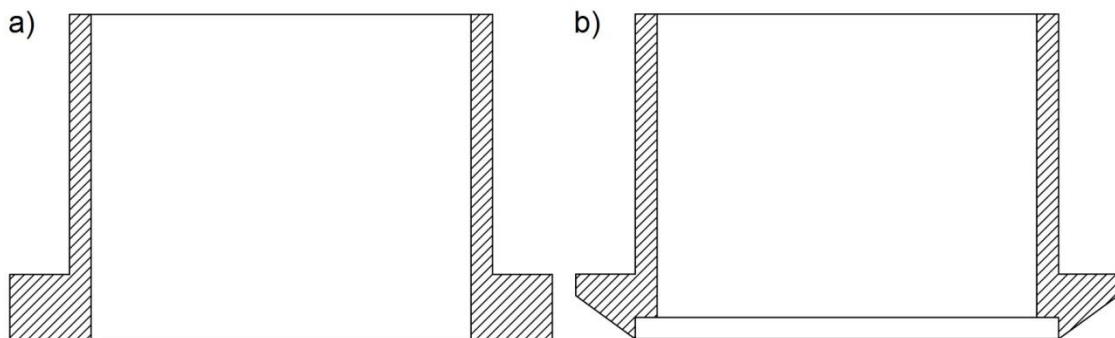


Abbildung 3-8: Schematische Darstellung der untersuchten Rakelformen. Die Rakel unterscheiden sich nur in der a) flachen und b) keilförmigen Bodengeometrie

Wie in Abbildung 3-8 zu sehen ist, unterscheiden sich die Rakel lediglich in der Form der Bodengeometrie. Im Gegensatz zum Standardrakel (a) ist beim keilförmigen Rakel (b), im Folgenden Keilrakel genannt, allein die dünne Kante für das Ergebnis des Pulveraufzugs verantwortlich. Dadurch entfällt der in [25] bevorzugte Effekt der Zerstörung der Agglomerate und der zusätzlichen Pulververdichtung. Die fehlende Auflagefläche bringt einen weiteren Nachteil mit sich. So ist der Keilrakel anfälliger gegenüber einer Neigung. Besonders bei der Überfahrt über die Bauplattform führt die geringe Auflagefläche zu einem Kippen des Rakels, welches durch den Anpressdruck der Federn zusätzlich verstärkt wird. Eine Mitnahme von bereits aufgezogenem Pulver oder gar eine Zerstörung der bereits gesinterten Proben ist somit wahrscheinlich. Mit Hilfe der Untersuchungen soll geklärt werden, ob ein Zusammenhang zwischen Rakelgeschwindigkeit, der wirkenden Kraft und der daraus resultierenden Homogenität besteht.

### 3.6.1 Auswahl der Prozessparameter

Die zu untersuchenden Prozessparameter beziehen sich neben der Auswertung der Kräfte auch auf die Ermittlung der Homogenität. Der erste beeinflussende Prozessparameter wurde mit der Rakelgeschwindigkeit festgelegt. Beim Ringrakel beträgt diese zwischen 1.000 und 5.000 mm/min, was auf Grund der Rotationsbewegung der mittleren Geschwindigkeit entspricht. Um den Versuchsumfang in Anbetracht der weiteren Einflussgrößen überschaubar zu halten, wurde neben den bereits genannten, mit 3.000 mm/min lediglich eine weitere Geschwindigkeiten untersucht. Neben der Geschwindigkeit besitzt das zusätzliche Gewicht, bzw. dessen Druck auf das Pulver, einen entscheidenden Einfluss auf das Rakelverhalten. Um diese Aussage zu überprüfen, wurde der Rakel zunächst ohne Gewicht und anschließend mit einem Gewicht von 325 g bzw. 650 g verfahren. Für die Vergleichbarkeit mit anderen Untersuchungen wird die jeweilige Masse als Druck angegeben. Der letzte Prozessparameter besteht in der Anzahl der Überfahrten. So ergibt sich in der Praxis meist ein homogeneres Ergebnis, wenn der Rakel eine Hin- und Rückfahrt über die Bauplattform vollzieht. Die Ursache liegt darin, dass nach der ersten Überfahrt bereits einige Partikel in der Vertiefung liegen bleiben. Bei der zweiten Überfahrt fungieren diese als eine Vergrößerung der Oberflächenrauigkeit, sodass weitere Partikel aus dem Rakel zum einen hängen bleiben und zum anderen auf Grund der zusätzlichen Haftkräfte in die Vertiefung gezogen werden. Auf Grund des hohen Zeitaufwands, der zwischen dem Pulveraufzug und der Messung der Homogenität verging, musste auf eine hohe Versuchsanzahl verzichtet werden. Bei den einfachen Überfahrten wurden zwei Versuche, bei der zweifachen Überfahrt eine durchgeführt. Für die besten Ergebnisse erfolgten zur Überprüfung weitere Versuche.

### 3.6.2 Messung der wirkenden Kräfte

Für die Messung der wirkenden Kräfte boten sich zwei verschiedene Herangehensweisen an. Die erste Möglichkeit besteht in der Verwendung fertiger Aufnehmer und Sensoren, mit denen die Messung von Kräften, aber auch von Drehmomenten durchgeführt werden kann (siehe Abbildung 3-9 a und b).



Abbildung 3-9: Abbildung der drei Verschiedenen Messmethoden a) Kraftaufnehmer (BMC)  
b) Drehmomentaufnehmer (ALTHEN) c) Dehnungsmesstreifen (HBM)

Die Nachteile fertiger Aufnehmer liegen jedoch in deren eingeschränkter Funktionsweise und Bauform. So sind Kraftaufnehmer (Abbildung 3-9 a) meist für die Messung linearer Kraftverläufe konzipiert und können somit auf Grund der Rotationsbewegung des Rakels nicht verwendet werden. Drehmomentaufnehmer (Abbildung 3-9 b) müssten an der Antriebsachse des Rakelarms montiert werden, sodass eine direkte Abhängigkeit vom Schrittmotor entsteht. Die Auswirkungen am Rakel können somit nicht ermittelt werden. Neben der Verwendung fertiger Aufnehmer gibt es noch die Möglichkeit, mit Hilfe von Dehnungsmesstreifen (DMS) eigene Aufnehmer zu gestalten (Abbildung 3-9 c). Diese bieten die Vorteile des geringen Platzbedarfs und der annähernd frei wählbaren Positionierung. Auf Grund der genannten Nachteile bzgl. der Anwendung fertiger Aufnehmer und der Möglichkeit einer Applikation unmittelbar in der Nähe des Rakels, kamen schließlich Dehnungsmesstreifen zum Einsatz. Für ein besseres Verständnis der Funktionsweise von DMS sei an dieser Stelle auf das Fachbuch von *Hoffmann* [26] verwiesen.

Im Folgenden werden einige Kriterien angesprochen, die für die Wahl des richtigen DMS zu beachten waren. So ist zum einen der Werkstoff des Messobjektes wichtig, um die Verformung, aber auch die temperaturbedingte Dehnung zu kompensieren. In dem vorliegenden Fall besteht der Rakelarm aus eloxiertem Aluminium. Da sich die Oxidschicht auf die Übertragung der Dehnung genauso wie auf die Applikation negativ auswirkt, musste diese entfernt werden. Der zweite Aspekt ist die Überprüfung der auftretenden Beanspruchungen. Bei der Vorstellung der verwendeten Rakel wurde bereits beschrieben, dass sich der Rakel, speziell mit keilförmiger Bodengeometrie, zur Seite neigt. Daraus resultiert für den Rakelarm ein Biegemoment um die Längsachse (Abbildung 3-10 b).

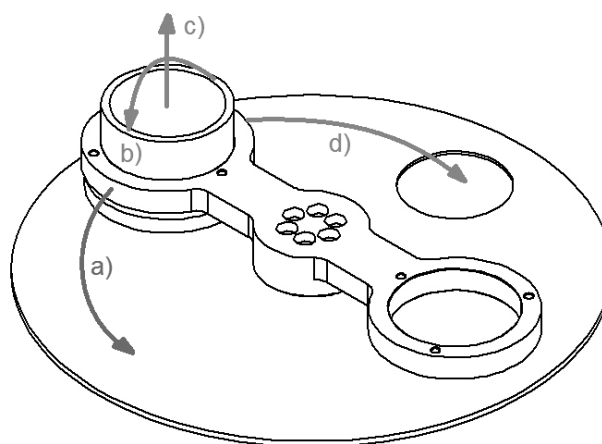


Abbildung 3-10: Schematische Darstellung der Beanspruchungen des Rakelarms  
a) Bewegungsrichtung des Rakels b) Biegemoment durch Neigung c) Biegemoment durch Federn d) Biegemoment durch Reibkraft zwischen Plattform und Rakel

Weiterhin verursachen die Federn ein Biegemoment in vertikaler Richtung (Abbildung 3-10 c). Die letzte Beanspruchung, die auf den Rakelarm wirkt, ist die Reibkraft zwischen Rakel und Arbeitsplattform. Diese wird über den Rakel übertragen und führt zu



einem Biegemoment in horizontaler Richtung (Abbildung 3-10 d). Da es nicht notwendig ist, alle Beanspruchungen abzudecken, wurde sich für die Messung des durch die Reibkraft verursachten Biegemoments entschieden. Mit der Wahl der zu messenden Beanspruchung wurde der letzte Schritt abgeschlossen. Weitere Auswahlkriterien sind der Anlage A-4 zu entnehmen. Anhand der ermittelten Daten wurden folgende Messmittel beschafft:

- DMS: FAE-25-35-S13E-G und FAE4-A6355J-40-S13E (Vishey)
- Applikation: M-Bond 200 (Vishey)
- Verstärker: GSV-3USBx2 2mV/V (ME-Meßsysteme)
- Software: GSV-Control und GSV-Multi (ME-Meßsysteme)

Da die Auswahl der Messmittel ohne Anhaltspunkte bzgl. der wirkenden Kräfte oder Dehnungen zu treffen war, wurde als Erstes mit dem FAE-25-35-S13E-G auf einen häufig verwendeten DMS zurückgegriffen. Dieser wurde mittels M-Bond 200 auf den Rakelarm geklebt. Die auftretenden Dehnungen reichten jedoch nicht aus, um verwertbare Ergebnisse zu ermitteln. Daraufhin erfolgte eine Verjüngung des Stegs am Rakelarm. Zuvor wurden dafür verschiedene Varianten mit Hilfe von SolidWorks simuliert. Die schlussendlich gewählte Variante (siehe Abbildung 3-11) bot zwar nicht die größte Dehnung, jedoch gestaltete sich die Applikation des DMS einfacher als bei der Dehnungsintensivsten. Im zweiten Schritt wurde mit dem FAE4-A6355J-40-S13E ein sehr feiner, speziell für Biegebalken entwickelter DMS appliziert. Die damit aufgezeichneten Messdaten konnten schließlich für die Auswertung verwendet werden. Zum Schluss musste eine Kalibrierung des Messsystems mit Hilfe eines definierten Gewichts und der Software GSV-Control durchgeführt werden. Dies war notwendig, um neben den gemessenen Dehnungen die wirkenden Kräfte anzeigen zu lassen.

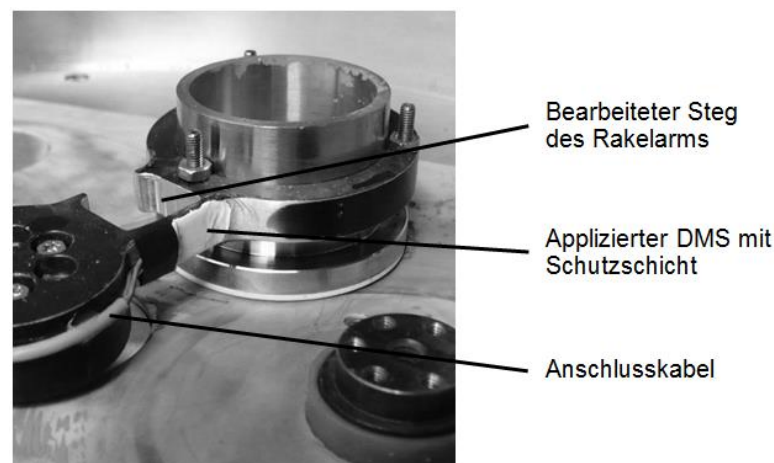


Abbildung 3-11: Applikation des DMS am bearbeiteten Rakelarm

### 3.6.3 Messung der Homogenität

In Kapitel 1.1 wurde festgelegt, dass die Pulver ohne flächige (Abbildung 3-12 a) bzw. linienförmige (Abbildung 3-12 b) Fehlstellen aufzuziehen sind. Weiterhin ist es für ein gutes Sinterergebnis notwendig, dass die Pulverschicht eben mit der Grundplatte abschließt (Abbildung 3-12 c). Diese beiden Forderungen sollen unter dem Begriff der Homogenität zusammengefasst und bewertet werden.

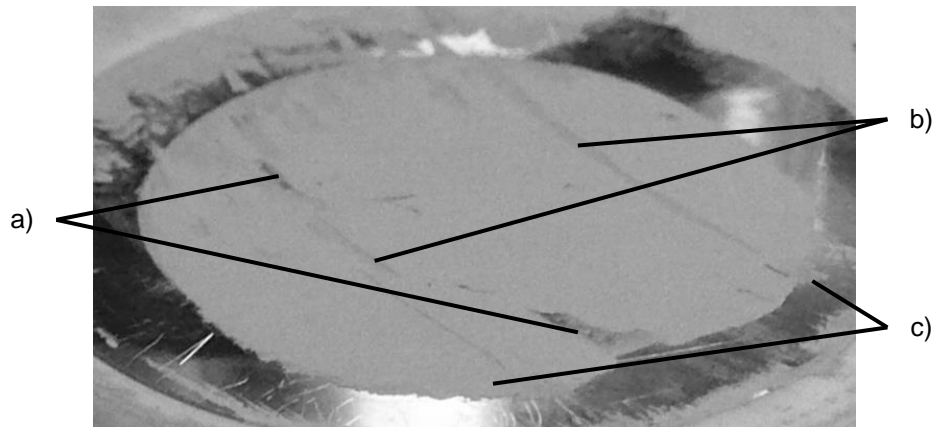


Abbildung 3-12: Darstellung der inakzeptablen Fehler beim Pulveraufzug, welche für ein positives Sinterergebnis verhindert werden müssen. a) Flächige Fehler b) linienförmige Fehler c) Kein ebener Abschluss mit der Grundplatte (hohe Schichtdicke)

Dazu wurde auf ein Messsystem zurückgegriffen, welches für die Überprüfung der gesinterten Struktur eingesetzt wird. Zur Anwendung kommt dabei der 2D Laserscanner LJ-G030 der Firma Keyence, der mit Hilfe des Controllers LJ-G5001P und der Steuerungssoftware LJ Navigator insgesamt 1024 Profile zu je 800 Messpunkten erfassen und speichern kann. Um die Daten auswerten zu können, kommt ein auf Matlab basierendes Programm zum Einsatz (siehe Abbildung 3-13), welches bereits zur Verfügung stand. Dieses beinhaltet die 3D - Darstellung aller gemessener Oberflächenprofile (1) bzw. die 2D - Darstellung eines einzelnen Profils (4). Zusätzlich stehen Werkzeuge zur Verfügung, die eine Skalierung des Anzeigebereichs (2), eine Auswahl des dazustellenden Profils (3) und eine Winkelkorrektur (b) ermöglichen. Da es mit diesen Werkzeugen nicht möglich war, die Homogenität zu bewerten, wurde das Programm erweitert (c). Als Ausgangspunkt dient die nach dem Laden der Daten durchzuführende Winkelkorrektur, bei der drei Punkte des ebenen Randes der Pulveraufnahme auszuwählen sind. Aus den drei Punkten wird schließlich eine Nullebene berechnet, anhand derer die Pulverhöhe ermittelt werden kann. Da die alleinige Verwendung der maximalen und minimalen Pulverhöhe auf Grund von Ausreißern problematisch ist, wurden weitere Größen zur Überprüfung der Werte hinzugefügt. Neben der gemittelten Fläche aller Profile kommen zusätzlich statistische Größen zum Einsatz. Dazu zählen der Median  $\tilde{x}$ , der arithmetische Mittelwert  $\bar{x}$ , die Varianz  $s^2$ , die Standardabweichung  $s$  und der Interquartilsabstand  $IQR$ . Die Ergebnisse sind so zu interpretieren, dass der Pulveraufzug umso besser ist, je stärker die Werte gegen Null tendieren.

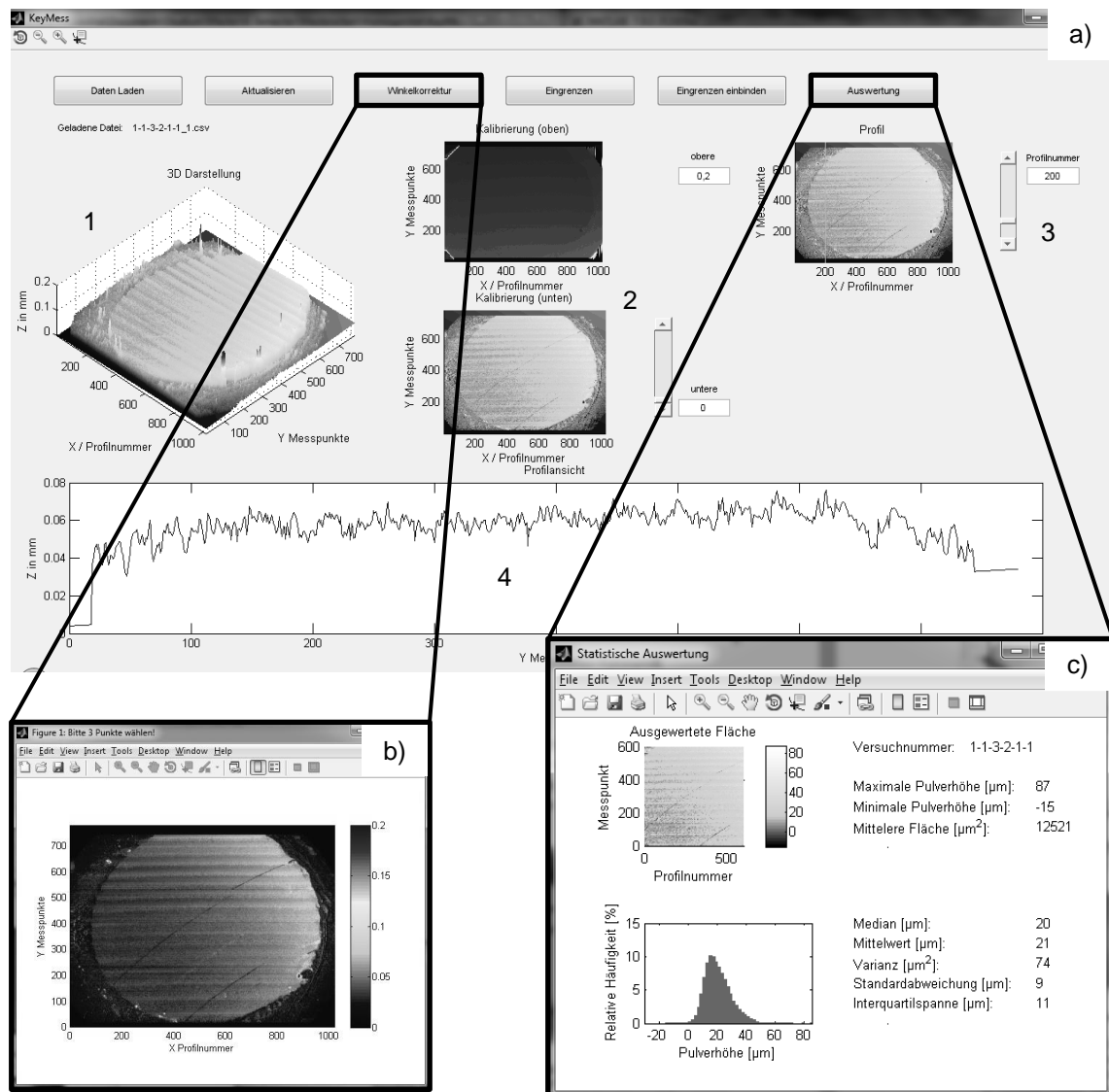


Abbildung 3-13: Programmoberfläche der Auswertesoftware KeyMess

a) Grafische Darstellung des gespeicherten Oberflächenprofils

1) 3D - Darstellung 2) Skalierung der Daten 3) Auswahl des Profils 4) Profildarstellung

b) Winkelkorrektur zwischen drei gewählten Punkten c) Auswertung der Homogenität

Um die Datenmenge einzugrenzen, wird für die Bestimmung der Pulverhöhe der arithmetische Mittelwert und für die Homogenität der Interquartilsabstand herangezogen. Einem hohen Interquartilsabstand ist beispielsweise zu entnehmen, dass der Pulveraufzug einen hohen Anteil flächiger Fehlstellen enthält. Zusätzlich dient die relative Häufigkeitsverteilung zur Überprüfung der Werte. Anhand der periodisch wechselnden Hell- und Dunkelfelder (b) ist zu erkennen, dass das verwendete Messsystem Ungenauigkeiten in der Profilhöhe aufweist. Die Ursache für diesen Effekt konnte nicht ermittelt werden. Auf Grund fehlender Ausweichmöglichkeiten bzgl. der Auswertung der gesamten Fläche wurde an dem System festgehalten. Zudem dürfte die Mittelwertbildung über das gesamte Profil diesen Fehler minimieren.

### 3.6.4 Versuchsaufbau

Abbildung 3-14 zeigt den Versuchsaufbau für den Standardraker bei der Untersuchung des größten Zusatzgewichts. Wie dieser zu entnehmen ist, ragt das Gewicht deutlich über den Raker hinaus. Dadurch entsteht ein Moment, welches den Raker in geringem Maße anhebt. Zusätzlich liegen die Gewichte frei auf dem Pulver auf, sodass sie träge auf die Bewegung des Rakels reagieren. In Zusammenhang mit dem wirkenden Moment, entsteht eine inhomogene Verdichtung. Diese führt schließlich dazu, dass das Pulver nicht gleichmäßig aus dem Raker fließt. Bei der Auswertung der Homogenität in Kapitel 4.5 ist dieser Aspekt besser nachzuvollziehen.

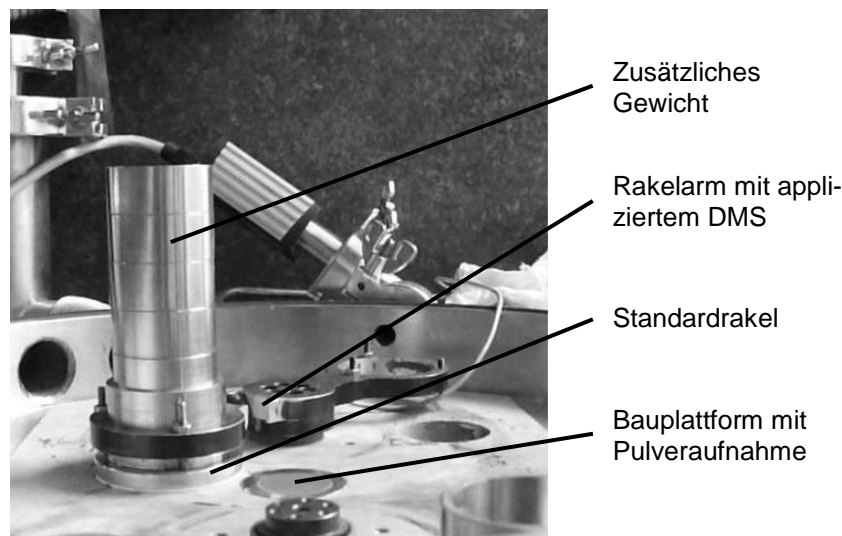


Abbildung 3-14: Abgebildet ist der Versuchsaufbau, bei dem der Standardraker mit flacher Bodengeometrie und dem größten Zusatzgewicht zum Einsatz kommt.

Um den Pulveraufzug von der angefahrenen Höhe der Bauplattform möglichst unabhängig zu gestalten, wurde eine Edelstahlscheibe mit einer definierten Vertiefung angefertigt (siehe Abbildung 3-14). Diese Vertiefung wurde der Aufgabenstellung entsprechend für eine Schichtdicke von  $30\text{ }\mu\text{m}$  ausgelegt. Wie der Abbildung 3-15 a zu entnehmen ist, besitzt die Oberfläche auf Grund der Schmelzrückstände durch den Abtragungsprozess eine grobe Struktur. Neben der direkten Untersuchung des Einflusses der Oberflächenstrukturen in Kapitel 4.2 sollte auch hier eine Abhängigkeit zu erkennen sein. Aus diesem Grund wurden zwei weitere Aufnahmen gefertigt, die neben unterschiedlichen Strukturen mit  $60\text{ }\mu\text{m}$  eine größere Tiefe besitzen. Dadurch soll es möglich sein, das Aufzugsverhalten bzgl. des Fließverhaltens und dem Einfluss der Haftkräfte besser beurteilen zu können. So ist die wichtigste Voraussetzung für den Pulveraufzug, das flächendeckende Ausfließen des Pulvers in die Vertiefung. Die erste Variante erhält eine flache lineare Struktur (Abbildung 3-15 b), welche eine Verschlechterung des Pulveraufzugs hervorrufen sollte. Die zweite Variante erhält dagegen eine gepunktete Struktur, sodass die Hügel als Widerhaken für die Partikel fungieren (Abbildung 3-15 c) und eine bessere Haftung ermöglichen.

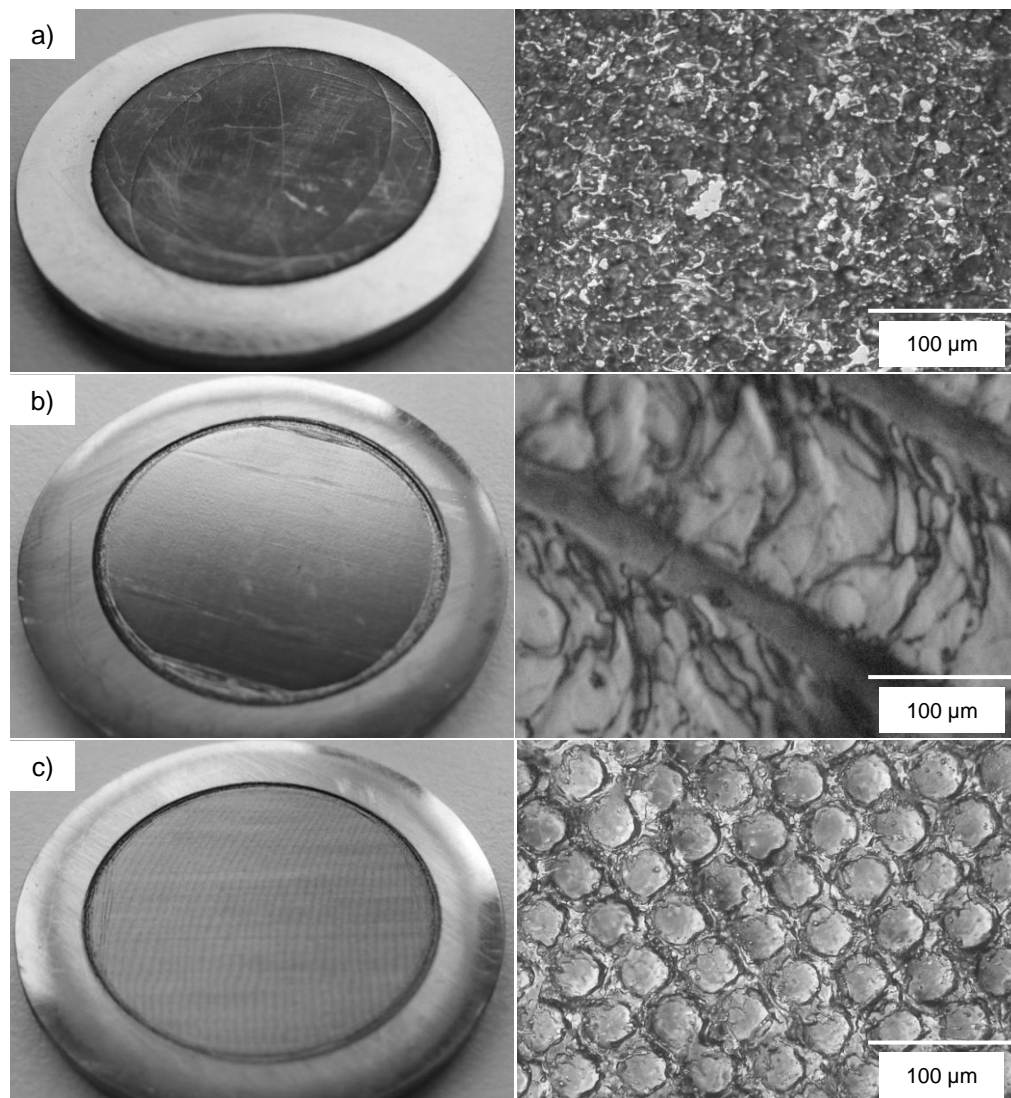


Abbildung 3-15: Edelstahlscheiben zur Pulveraufnahme  
rechts: Digitalkamera links: Keyence Lichtmikroskop 2.000-fach  
a) mit einer Abtragstiefe von 30 µm und ohne definierte Strukturierung  
b) mit einer Abtragstiefe von 60 µm und linearer Strukturierung  
c) mit einer Abtragstiefe von 60 µm und gepunkteter Strukturierung

## 4 Untersuchungsergebnisse

### 4.1 Druckversuche

#### 4.1.1 Schütt- und Klopfdichte

In Anlehnung an die erwähnten Normen aus Kapitel 3.1.3 werden im Folgenden die unterschiedlichen Dichtearten der Pulver vorgestellt. Die jeweiligen Ergebnisse sind der Tabelle 4-1 zu entnehmen. Der Schütt- und Klopfdichte sind dabei drei weitere Angaben hinzugefügt, welche u. a. der besseren Vergleichbarkeit dienen und deshalb in der Praxis am häufigsten Verwendung finden. Die relativen Dichten ergeben sich aus dem Verhältnis zwischen der gemessenen Schütt- bzw. Klopfdichte und der Feststoffdichte. Dies erfordert eine genaue Kenntnis der Pulverzusammensetzungen und ist meist nur bei trockenen Pulvern möglich, da beispielsweise Flüssigkeiten nur schwer zu identischen Teilen in Pulver eingelagert werden können [11].

Pulver	Rel. Schüttdichte	Rel. Klopfdichte	Rel. Dichte- änderung
Edelstahl	36,3 %	45,5 %	25,2 %
Molybdän	20,3 %	25,1 %	23,7 %
Wolfram	11,2 %	13,6 %	21,6 %

Tabelle 4-1: Übersicht der absoluten und relativen Schütt- bzw. Klopfdichten. Die Ergebnisse spiegeln die anzutreffenden Packungszustände wieder, die sich auf Grund der entsprechenden Partikelgrößen und –formen einstellen.

Durch die relative Dichte ist nun zu erkennen, dass es deutliche Unterschiede zwischen den Pulvern gibt. So besitzt Wolfram lediglich eine relative Schüttdichte von 11,2 %, wohingegen Molybdän mit 20,3 % fast die doppelte Dichte aufweist. Dies liegt zum einen an der kleineren Partikelgröße des Wolframs, sodass eine größere Partikelanzahl in den Behälter eingefüllt wird. Zusammen mit der amorphen Form resultiert daraus eine höhere Kontaktanzahl, wodurch vermehrt Haft- und Reibungskräfte eine bessere Verteilung verhindern. Ein weiterer Punkt ist das Füllen der Hohlräume. Durch die kleinere Streubreite der Partikelgröße des Wolframpulvers, können diese nur selten mit den passenden Partikeln besetzt werden. Umgekehrt besitzt das Edelstahlpulver die größten Partikel, sodass sich daraus mit 36,3 % die höchste relative Schüttdichte ergibt.

Bei der Klopfdichte ist zu erkennen, dass die zu erwartende Dichtezunahme stattgefunden hat. Auch hier zeigen sich die typischen Unterschiede zwischen den Pulvern, wobei die relative Veränderung beim Wolframpulver geringer als beim Edelstahlpulver

ausfällt. Auch wenn der hohe Hohlraumanteil von Wolfram eine größere Verdichtung vermuten ließ, ist das Ergebnis anhand des bereits genannten Einflusses der Haft- und Reibkräfte zu erklären.

Weiterhin ist Interessant, dass bei der Betrachtung der relativen Dichteänderung von der Schütt- zur Klopfdichte, auch Reibungskoeffizient genannt, die Unterschiede vergleichsweise klein sind. Dies ist ein erstes Indiz dafür, dass die Pulver bei kleinen äußeren Beanspruchungen kaum Unterschiede aufweisen und somit ein ähnliches Aufzugsverhalten aufweisen sollten. Weiterhin haben *Ritschel* und *Bauer-Brandl* [23] mit der Kompressibilität einen Zusammenhang zwischen der Dichteänderung von der Schütt- zur Klopfdichte und der Fließfähigkeit eines Pulvers festgestellt. Im Gegensatz zum Reibungskoeffizienten setzen sie die Differenz zwischen Schütt- und Klopfdichte mit der höchsten Dichte ins Verhältnis. Laut ihrer Erkenntnis, sollte die Differenz der Dichten möglichst klein sein, denn eine geringe Dichtezunahme auf Grund von Erschütterungen deutet auf einen bereits sehr dichten Packungszustand hin und somit auf eine gute Fließfähigkeit (maximale Dichte schon beim Schüttvorgang).

Pulver	Reibungskoeffizient	Kompressibilität
Edelstahl	25,2 %	20,1 %
Molybdän	23,7 %	19,2 %
Wolfram	21,6 %	17,8 %

Tabelle 4-2: Vergleich des Reibungskoeffizienten mit dem Kompressibilität. Beide Faktoren bewerten die Fließfähigkeit infolge der Dichteänderung zwischen Schütt- und Klopfdichte. Bewertete Fließfähigkeit (abnehmend sortiert): Edelstahl, Molybdän Wolfram

Der Tabelle 4-2 ist der Vergleich des Reibungskoeffizienten mit der Kompressibilität zu entnehmen. Beide Berechnungen weisen sehr kleine Unterschiede zwischen den Pulvern auf, sodass wiederum keine eindeutigen Schlussfolgerungen für den Pulveraufzug getroffen werden können. Der Kompressibilität ist lediglich zu entnehmen, dass die Pulver eher schlechte Fließfähigkeiten besitzen (Sehr gute Fließfähigkeit bei 0%). Es ist jedoch anhand der Werte zu vermuten, dass Wolfram die niedrigste und Edelstahl die höchste Fließfähigkeit aufweist, sodass die Unterschiede beim Pulveraufzug daran zu erklären wären. Eine detaillierte Analyse ist somit erst bei der Ermittlung der Fließ-eigenschaften möglich.

### 4.1.2 Beanspruchung der Pulver mit verschiedenen Drücken

Bezugnehmend auf das vorherige Kapitel werden die Ergebnisse der Druckversuche in Form der relativen Dichten angegeben und ausgewertet. Der Tabelle 4-3 sind die Ergebnisse des ersten Druckversuchs zu entnehmen, bei dem die Dichteänderung infolge eines Druckes zu untersuchen ist. Die unterschiedlichen Bezeichnungen bei den Pulvern stehen für eine geklopfte (K) bzw. lockere (S) Befüllung.

Pulver	12 kPa	21 kPa	41 kPa	82 kPa	246 kPa
Edelstahl K	47,9 %	48,3 %	49,6 %	50,5 %	52,0 %
Edelstahl S	45,2 %	46,8 %	48,3 %	50,0 %	52,1 %
Molybdän K	26,8 %	27,5 %	28,7 %	30,1 %	32,2 %
Molybdän S	25,9 %	27,3 %	28,4 %	29,9 %	32,5 %
Wolfram K	15,2 %	15,7 %	16,5 %	17,5 %	19,3 %
Wolfram S	14,5 %	15,2 %	16,4 %	17,5 %	19,0 %

Tabelle 4-3: Relative Dichten in Abhängigkeit vom Druck und von der Art der Befüllung. Je niedriger die Ausgangsdichte ist, desto stärker ist die verhältnismäßige Verdichtung. Spätestens ab einem Druck von 246 kPa hat die Art der Befüllung keinen Einfluss mehr.

Die Ergebnisse zeigen, dass die Art der Befüllung zu Beginn einen sehr großen Einfluss auf die Dichteänderung der Pulver besitzt. Dies ist besonders gut zu erkennen, wenn die Schütt- und Klopfdichten mit betrachtet werden (Tabelle 4-1). Beispielsweise führt der Druck von 12 kPa auf das locker befüllte Wolframpulver zu einer Erhöhung dessen Dichte von ca. 30 %. Bei der geklopfen Befüllung hingegen, kann nur eine Erhöhung um knapp 12 % erreicht werden. Die Werte von Edelstahl und Molybdän bestätigen dies.

Weiterhin ist anhand der Abbildung 4-1 zu erkennen, dass die Dichte mit zunehmendem Druck einen degressiven Verlauf besitzt. Zu erklären ist dies anhand der zunehmenden Erhöhung der Packungsdichte, weshalb es für die Partikel schwieriger wird, aneinander vorbeizugleiten. Bei der Betrachtung der einzelnen Ergebnisse ist diesbezüglich eine weitere Auffälligkeit zu erkennen. So ist der Dichtezuwachs bei 21 kPa in den meisten Fällen (außer Molybdän S und Edelstahl S) am niedrigsten. Daraus ist zu schlussfolgern, dass die Verdichtung in zwei Phasen eingeteilt werden kann. In der ersten Phase können die Hohlräume noch durch frei bewegliche Partikel aufgefüllt werden. Anschließend erhöht sich jedoch auf Grund der höheren Kontaktanzahl, wodurch die wirkenden Haft- und Reibkräfte steigen, der Widerstand gegen ein weiteres Fließen. Mit weiterer Zunahme des Druckes kommt es schließlich zur zweiten Phase der Verdichtung, bei der es nur noch durch einen direkten Platztausch der Partikel zur Füllung von Hohlräumen kommt. Diese These wird im Folgenden als Umlageeffekt bezeichnet.



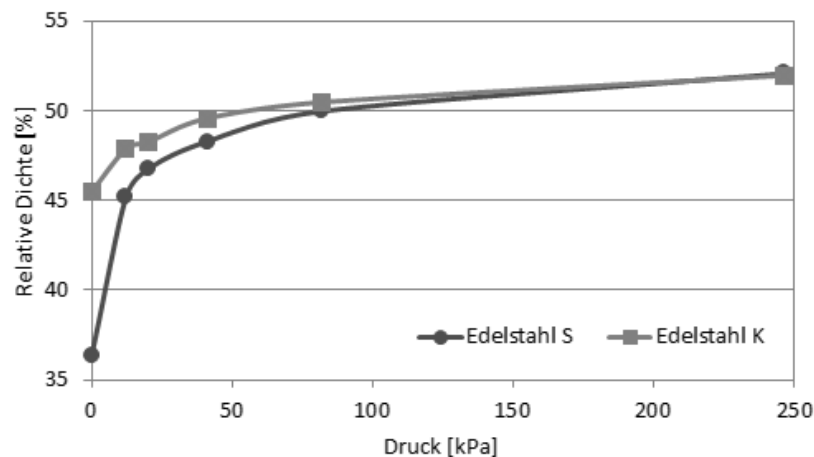


Abbildung 4-1: Vergleich der relativen Dichte von Edelstahl zwischen loser und geklopfter Befüllung in Abhängigkeit vom Druck. Zu erkennen ist der degressive Verlauf und der schwindende Einfluss der Befüllungsart.

Auf Grund des degressiven Verlaufs und Umlagerungseffekts wurde am Beispiel des Edelstahlpulvers ein weiterer Versuch durchgeführt. Dabei kam die maximale Kraft der Materialprüfmaschine von 10 kN und somit ein Druck von 20,5 MPa zur Anwendung. Daraus sollte sich eine Aussage ergeben, ob eine maximale Verdichtung eintritt und ob der auftretende Dichteverlauf den Umlagerungseffekt bestätigt. So zeigt Abbildung 4-2, dass der Anstieg der relativen Dichte auch mit zunehmendem Druck weiterhin abnimmt. Beim Erreichen des maximalen Drucks von 20,5 MPa besitzt das Edelstahlpulver schließlich eine relative Dichte von 56,1 %. Im Vergleich zum Druck von 246 kPa kann somit gerade mal eine zusätzliche Verdichtung von vier Prozentpunkten erreicht werden. Auf Grund der nicht signifikanten Dichtesteigerung ist zu schlussfolgern, dass auf den Einsatz von hohen Druckkräften verzichtet werden kann.

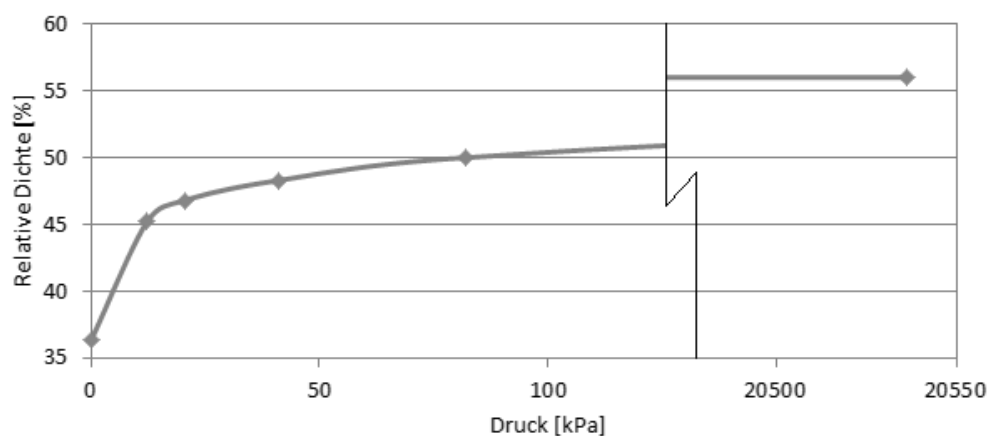


Abbildung 4-2: Untersuchung des Dichteverlaufs von Edelstahlpulver bei einem Druck von 20,5 MPa. Trotz 80-facher Druckerhöhung ist keine signifikante Dichtesteigerung zu erzielen.

Bezüglich des Umlagerungseffektes konnte während des Druckversuchs das Phänomen beobachtet werden, dass ab einem Druck von 21 kPa in regelmäßigen Abständen ein deutlich wahrnehmbares akustisches Signal, ähnlich einem Knacken, zu vernehmen war. Dabei erhöhte sich die Lautstärke mit zunehmendem Druck, wohingegen die Frequenz abnahm. Dies ist wiederum ein Indiz für die vorzufindenden Umlagerungsprozesse. Beim Wolfram- bzw. Molybdänpulver war hingegen kein Knacken wahrzunehmen, was auf deren amorphe Form zurückzuführen ist. So kommt es bei diesen verstärkt zu einer elastischen bzw. plastischen Verformung, als das die Partikel aneinander vorbeigleiten. In Kapitel 4.1.5 wird sich zeigen, ob dies anhand der Rückfederung bestätigt werden kann.

### 4.1.3 Einaxiale Verdichtbarkeit und Kompressibilitätsfaktor

Neben dem direkten Vergleich der relativen Dichten, werden bei der Bewertung von Pulvern aus dem Druckversuch oft zwei weitere Faktoren herangezogen. Dies ist zum einen die einaxiale Verdichtbarkeit  $V$ , welche das Verhältnis der Dichte nach einer Belastung zur Dichte im unbelasteten Zustand wiedergibt (siehe Gleichung 4-1). Laut Grulke [24] deutet eine hohe einaxiale Verdichtbarkeit auf eine schlechte Kompaktierbarkeit bzw. auf eine schlechte Fließfähigkeit hin und beruht unter anderem auf dem hohen Hohlraumanteil im Pulver.

$$V_i = \frac{\rho_a - \rho_t}{\rho_t} * 100 \% \quad \text{Gleichung 4-1}$$

Neben der einaxialen Verdichtbarkeit kann aus den Daten auch der Kompressibilitätsfaktor  $K$  berechnet werden. Dieser beschreibt das Verhältnis zwischen der Druckzunahme und der Dichteänderung (Gleichung 4-2), wobei hier ein hoher Wert für eine bessere Fließfähigkeit spricht [24].

$$K = \frac{\log \frac{\sigma_{max}}{\sigma_{min}}}{\log \frac{\rho_{max}}{\rho_{min}}} \quad \text{Gleichung 4-2}$$

Die berechneten Werte sind der Tabelle 4-4 zu entnehmen. Es ist zu erkennen, dass bei allen Pulvern die einaxiale Verdichtbarkeit mit zunehmendem Druck steigt. Im Gegensatz zur relativen Dichte verläuft diese jedoch nicht degressiv.

Pulver	12 kPa	21 kPa	41 kPa	82 kPa	246 kPa	K
Wolfram	29,8 %	36,0 %	46,5 %	56,3 %	70,0 %	11,1
Molybdän	27,5 %	34,1 %	39,9 %	47,2 %	59,7 %	13,3
Edelstahl	24,3 %	28,7 %	32,9 %	37,5 %	43,3 %	21,1

Tabelle 4-4: Einaxiale Verdichtbarkeit  $V$  und Kompressibilitätsfaktor  $K$ . Die untersuchten Pulver besitzen eine schlechte Kompaktierbarkeit. Wünschenswert:  $V < 16,3 \%$ ,  $K > 37$

Weiterhin sind die Unterschiede zwischen den Pulvern nun besser zu erkennen. So kann das Wolframpulver mit zunehmendem Druck deutlich stärker als beispielsweise das Edelstahlpulver verdichtet werden. Die Gründe dafür liegen wieder im hohen Hohlraumanteil, welcher durch die unterschiedlichen Partikelgrößen bzw. Formen hervorgerufen wird. Anhand der Bewertung von *Grulke* [24], dass Pulver mit einer einaxialen Verdichtung von unter 16,3 % gut kompaktierbar sind, wird jedoch auch deutlich, dass die beim Lasermikrosintern verwendeten Pulver im Allgemeinen eine schlechte Fließfähigkeit besitzen. Dies wird durch die berechneten Kompressibilitätsfaktoren bestätigt. Obwohl Wolfram und Molybdän mit 11,1 bzw. 13,3 einen kleineren Wert als Edelstahl besitzen, sind alle Pulver als schlecht kompaktierbar einzustufen. Zum Vergleich: Die bei *Grulke* [24] als gut kompaktierbar deklarierten Pulver erreichten einen Kompressibilitätsfaktor von über 37.

#### 4.1.4 Einfluss des Füllvolumens

Ein weiterer Aspekt, der mit Hilfe der Druckversuche zu untersuchen ist, betrifft den Einfluss unterschiedlicher Füllvolumen. Dies ist besonders für die Stabilität des Prozesses interessant, da eine ständige Nachjustierung der Parameter auf Grund des Pulververbrauchs die Prozesszeit erheblich erhöht.

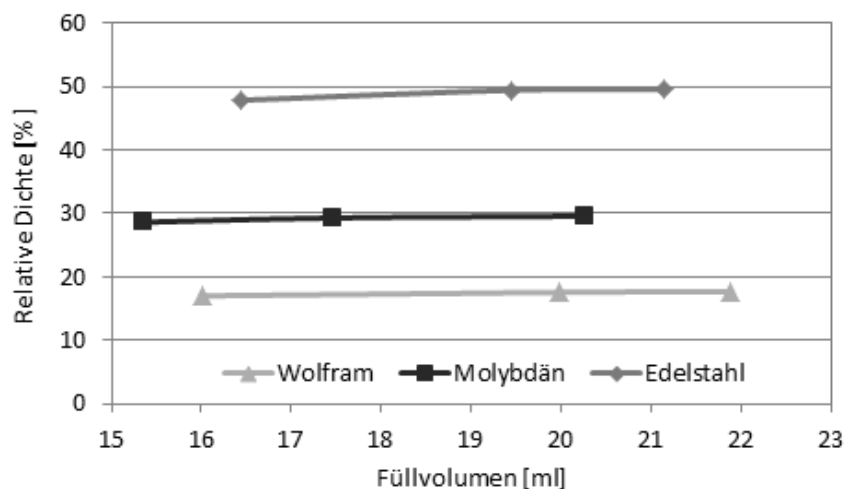


Abbildung 4-3: Einfluss des Füllvolumens auf die relative Dichte. Untersucht wurden jeweils drei zufällig gewählte Füllvolumen bei einem Druck von 82 kPa. Es ergaben sich keine signifikanten Unterschiede.

Für die Untersuchung wurden drei zufällig gewählte Füllvolumen untersucht. Nach der geklopften Befüllung wurden die Pulver mit einem Druck von 82 kPa beansprucht. Die Ergebnisse sind der Abbildung 4-3 zu entnehmen. Es ist zu sehen, dass die relative Dichte nicht von der Füllhöhe abhängig ist. Daraus ist zu schlussfolgern, dass die Verdichtung der Pulver im gesamten Füllvolumen stattfindet und nicht nur im Bereich der Kraftangriffsfläche. Die in dieser Arbeit ermittelten Ergebnisse gelten somit für das gesamte Pulvervolumen.

#### 4.1.5 Partikelverformung und Rückfederung

Bei den Druckversuchen wurde erwähnt, dass die elastische und plastische Verformung einen Einfluss auf die Verdichtung haben könnte. Aus dem Vergleich der berechneten Drücke mit den Festigkeitswerten der Materialien (siehe Tabelle 3-3 und Anlage A-1), ist jedoch zu schlussfolgern, dass eine Verformung der Partikel lediglich im elastischen Bereich stattfindet. Da die für die Berechnung genutzte Fläche nicht der tatsächlich wirkenden Fläche entspricht, ist ein Vergleich zwischen diesen beiden Werten nicht möglich. Schlussendlich ergeben sich auf Grund der Partikelgröße, -form sowie des Packungszustands kleinere Kontaktflächen und somit größere effektive Spannungen.

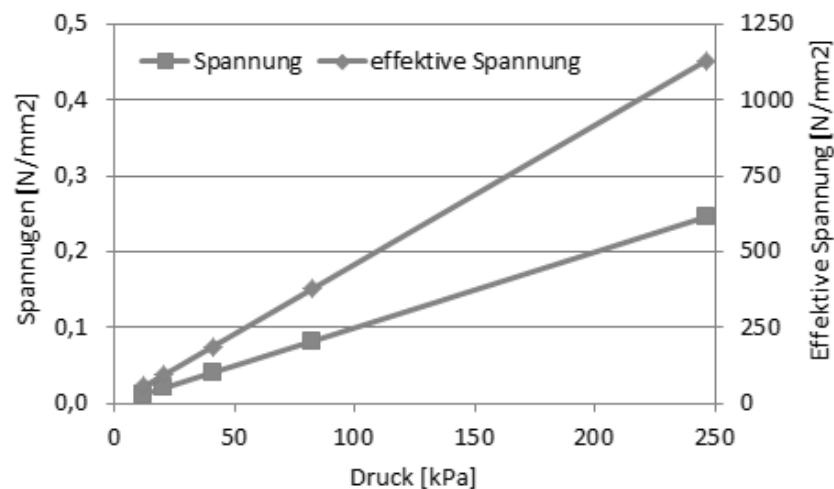


Abbildung 4-4: Vergleich der berechneten Spannung mit der effektiven Spannung. Erst durch die Beachtung der tatsächlichen Kontaktfläche ist festzustellen, dass sich die Partikel bereits ab 41 kPa plastisch verformen. Daraus resultiert ein Einfluss der Rückfederung auf die zu erzielende Schichtdicke nachdem Pulveraufzug.

In Abbildung 4-4 sind die beiden verschiedenen Spannungen gegenübergestellt. Am Beispiel des Edelstahlpulvers soll nun der Unterschied aufgezeigt werden. Der untere Graph gibt die berechneten Werte wieder, bei der die Spannung über die gesamte Fläche des Druckstempels ermittelt wurde. Wie der Abbildung zu entnehmen ist, liegen die Werte unter  $0,5 \text{ N/mm}^2$  und somit deutlich unterhalb der Streckgrenze von  $200 \text{ N/mm}^2$  bzw. der Zugfestigkeit von  $500 \text{ N/mm}^2$ . Selbst eine elastische Verformung und somit eine Rückfederung ist auszuschließen. Wie bereits beschrieben wurde, ist die effektive Fläche jedoch kleiner. Für die Berechnung dieser Fläche wurden folgende Annahmen getätigt:

- Partikelform ist sphärisch
- Partikelgröße beträgt  $7 \mu\text{m}$
- Abplattung des Partikels beträgt 1 %

Der Packungszustand und die Partikelgrößenverteilung wurden nicht berücksichtigt, da diese lediglich die Streuung erhöhen und für eine überschlägige Berechnung nicht notwendig sind. Mit Hilfe der Partikelgröße wird zum einen die Kontaktanzahl und zum zweiten die Kontaktfläche über die Abplattung ermittelt. Die Kontaktabplattung wurde dabei mit einem Prozent festgelegt, wodurch sich durchaus höhere Spannungen beim Erstkontakt ergeben können. Da sich mit zunehmender elastischer Verformung die Fläche vergrößert und somit die Spannung reduziert, wurde dieser Aspekt jedoch vernachlässigt. Anhand des oberen Graphen ist zu erkennen, dass schon bei ca. 41 kPa das elastische Verformungsvermögen ausgelastet wird. Bei knapp 113 kPa kommt es schließlich zum Überschreiten der Zugfestigkeitsgrenze. Auf Grund dessen wurden vom komprimierten Edelstahlpulver nochmals REM - Aufnahmen generiert.

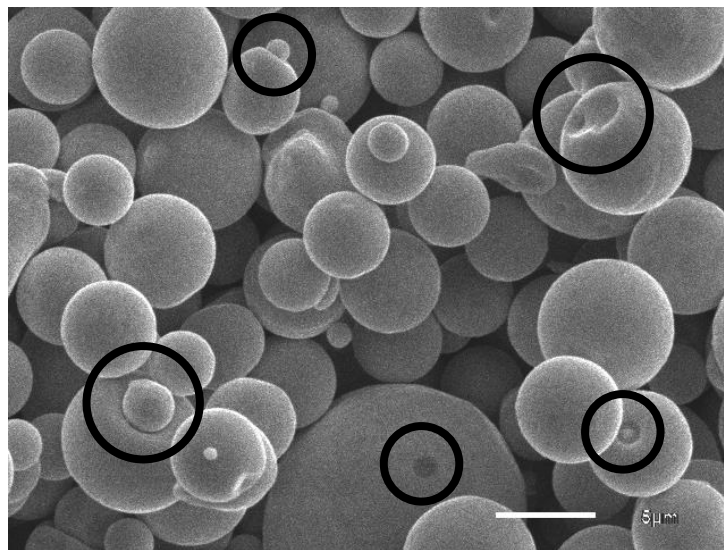


Abbildung 4-5: Überprüfung der plastischen Verformung nach dem Druckversuch infolge hoher wirkender Spannungen (REM - Aufnahme, schwarze Kreise).

Wie in Abbildung 4-5 zu sehen ist, haben sich durchaus einige Partikel plastisch verformt. Dabei ist die Deformation weniger bei den oberflächennahen Partikeln vorzufinden, als bei denjenigen, welche in unteren Schichten gelagert sind. Weiterhin kann festgestellt werden, dass sich vorrangig größere Partikel plastisch verformen, obwohl sich laut *Tomas* [17] die Kontaktsteifigkeit mit abnehmender Partikelgröße reduziert und sich kleinere Partikel eher plastisch verformen. Der Aspekt der plastischen Verformung besitzt jedoch keine größere Bedeutung für den Laserprozess, sodass darauf nicht weiter eingegangen wird. Doch bezüglich der elastischen Verformung ist eine weitere Untersuchung nötig. So führt diese u. a. zur Rückfederung des aufgezogenen Pulvers und somit zu einer Vergrößerung der Schichtdicke. Auch bei kleinen Rückfederungen resultieren daraus zwei negative Effekte. Zum einen ist es möglich, dass der Rakel bei nachfolgenden Überfahrten zunehmend auf dem Pulver aufschwimmt. Eine homogene Bauteildichte ist somit nicht zu gewährleisten. Zum anderen führt die höhere Partikelschicht zu einer stärkeren Pulvermitnahme. Welche Auswirkungen dies hat, ist dem Kapitel 4.2 zu entnehmen.

Auf Grund der erwähnten möglichen Fehlerquellen wurde im Anschluss der Einfluss der Rückfederung bzgl. folgender Abhängigkeiten untersucht:

- Pulverspezifische Rückfederung
- Auswirkung unterschiedlicher Drücke
- Verhalten bei unterschiedlichem Füllvolumen

Für die Versuchsdurchführung wurde auf die Materialprüfmaschine von Zwick zurückgegriffen. Um die Rückfederung deutlicher hervorzuheben, wurde mit 1.040 kPa ein sehr hoher Druck gewählt. Bei der Messung der pulverspezifischen Rückfederung wurde zu Beginn das Pulver verdichtet und nach einer jeweiligen Entlastung viermal mit dem festgelegten Druck belastet. Über die Software konnten die Höhendifferenzen ermittelt und daraus die Rückfederung berechnet werden. Der Tabelle 4-5 ist der Vergleich der absoluten und relativen Rückfederung zu entnehmen.

<b>Pulver</b>	<b>Absolute Rückfederung</b>	<b>Relative Rückfederung</b>	<b>Relative Dichteänderung</b>
Edelstahl	396 $\mu\text{m}$	4,1 %	17,6 %
Molybdän	476 $\mu\text{m}$	5,1 %	32,2 %
Wolfram	682 $\mu\text{m}$	8,4 %	37,0 %

Tabelle 4-5: Vergleich der Rückfederung der verschiedenen Pulver bei einem Druck von 1.040 kPa. Weiterhin ist die relative Dichteänderung nach der ersten Beanspruchung angegeben. Es besteht ein Zusammenhang zwischen der Festigkeit, der Kompressibilität und der Rückfederung.

Die Ergebnisse spiegeln zunächst nicht die Erwartungen auf Grund der Festigkeitswerte der Pulver wieder. So müsste das Edelstahlpulver, welches die niedrigste Streckgrenze besitzt und damit am stärksten den elastischen Verformungen unterliegt, die höchste Rückfederung aufweisen. Wie aus diesem Kapitel bereits bekannt ist, tritt die plastische Verformung bei Edelstahl bereits ab einem Druck von ca. 41 kPa ein. Auf Grund der Verwendung des deutlich höheren Druckes ist somit davon auszugehen, dass beim Edelstahlpulver verstärkt plastische Verformungen auftreten. Diese führen schließlich dazu, dass nach der Entlastung eine niedrigere Rückfederung vorzufinden ist. Da Wolfram und Molybdän jedoch ähnliche Zugfestigkeiten aufweisen, muss es weitere Ursachen für die Ergebnisse geben.

Eine Ursache besteht in der kleineren Größe und amorphen Form der Molybdän- und Wolframpartikel. Bereits in Kapitel 4.1.1 wurde festgestellt, dass sich die Kontaktanzahl und somit die Kontaktfläche mit abnehmender Partikelgröße erhöht. Daraus ist zu schlussfolgern, dass der wirkende Druck auf ein einzelnes Partikel bei Wolfram am niedrigsten und bei Edelstahl am höchsten ist. Der daraus resultierende größere Anteil der elastischen Verformung ist schließlich den Ergebnissen zu entnehmen. Eine weitere Erklärung für die unterschiedliche Rückfederung liegt in dem anzutreffenden Pa-

ckungszustand der Pulver, welcher in Form der relativen Dichteänderung bzw. Kompressibilität beschrieben werden kann. Diese wurde durch die erste Beanspruchung der Pulver ermittelt und ist der letzten Spalte der Tabelle 4-5 zu entnehmen. Wie bereits bekannt ist, liegt die Ursache für eine hohe Kompressibilität in dem hohen Hohlraumanteil. Da zu Beginn einer Verdichtung zuerst die Hohlräume aufgefüllt werden, erhöht sich bei kleineren Partikeln nochmals die Kontaktanzahl, was wiederum zur Reduzierung des wirkenden Drucks führt.

Nachdem die grundlegenden Unterschiede zwischen den Pulvern aufgezeigt wurden, erfolgt die Darstellung der weiteren Untersuchungen lediglich am Beispiel des Edelstahlpulvers. Als nächstes wurde die Abhängigkeit der Rückfederung vom Druck ermittelt. Es konnte festgestellt werden, dass sich die Rückfederung auch hier ähnlich der Kompressibilität verhält und somit ein direkter Zusammenhang hergestellt werden kann. So steigt mit zunehmendem Druck auch die Rückfederung stetig, aber degressiv an. Anhand der Abbildung 4-6 ist zu schlussfolgern, dass zur Reduzierung der Rückfederung und somit einer Verbesserung der Homogenität auf hohe Druckkräfte verzichtet werden sollte. Dies korreliert mit der Aussage aus Kapitel 4.1.2, bei der niedrige Kräfte für eine gute Verdichtung ausreichend sind.

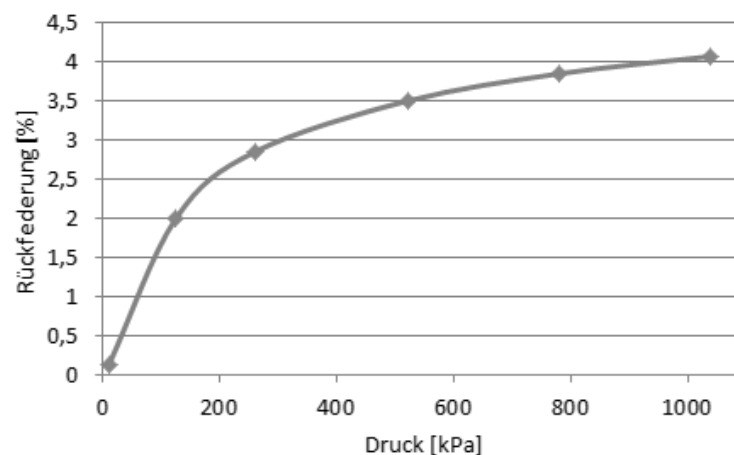


Abbildung 4-6: Abhängigkeit der relativen Rückfederung vom Druck (Edelstahl). Es ist ein Zusammenhang zwischen Rückfederung und Kompressibilität zu erkennen.

Bei der Untersuchung der Abhängigkeit vom Füllvolumen ergibt sich hingegen eine neue Erkenntnis. So ist aus Kapitel 4.1.4 bekannt, dass die relative Dichte der Pulver bei unterschiedlichen Füllvolumina konstant bleibt. Es war somit davon auszugehen, dass sich die relative Rückfederung auf Grund des gleichen Verformungsvermögens ebenfalls so verhält. Dies kann bei den Ergebnissen jedoch nicht beobachtet werden. So ist der Abbildung 4-7 zu entnehmen, dass die relative Rückfederung bei einem Druck von 1.040 kPa mit zunehmendem Füllvolumen sinkt. Bei der Betrachtung der absoluten Werte ist hingegen zu erkennen, dass die Rückfederung konstant bleibt. Daraus ist zu schlussfolgern, dass die Kompressibilität und die Rückfederung eine Funktion der relativen Dichte sind, die Rückfederung jedoch nur im Bereich der Kraftangriffsfläche vorzufinden ist.

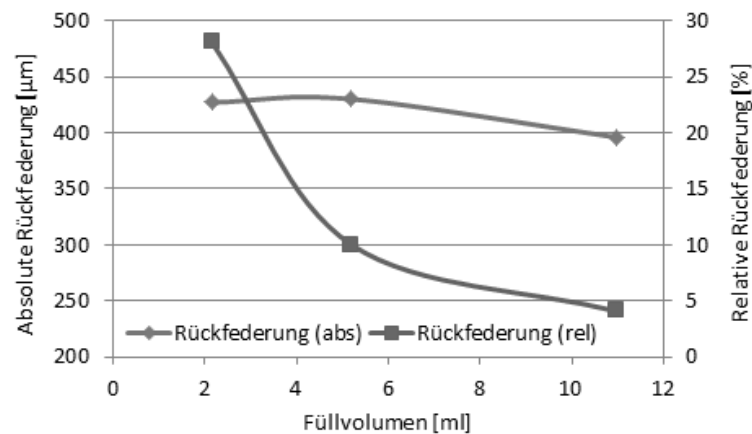


Abbildung 4-7: Abhängigkeit der Rückfederung von unterschiedlichen Füllvolumina bei einem Druck von 1.040 kPa. Die Untersuchung zeigt, dass die Rückfederung nicht vom Füllvolumen anhängig ist und nur im Bereich der Krafteinwirkung vorzufinden ist.

#### 4.1.6 Einfluss der Geschwindigkeit

Aus dem zweiten Kapitel ist bekannt, dass die Homogenität des Pulveraufzugs neben dem Druck auch durch die Geschwindigkeit der Komponenten beeinflusst wird. Bei den Systemen des Ring- und Hubrakels führen höhere Rakelgeschwindigkeiten zu höheren Schergeschwindigkeiten zwischen Pulver und Rakel. Dabei wirken nur sehr kleine Kräfte in Richtung der Bauplattform, wodurch eine Untersuchung bzgl. der Verdichtungsgeschwindigkeit zu vernachlässigen ist. Beim Dom-Verdichter hingegen, kann die Hubgeschwindigkeit und die dadurch resultierende Verdichtung durchaus eine große Rolle spielen, sodass im Folgenden diese Abhängigkeit untersucht wird.

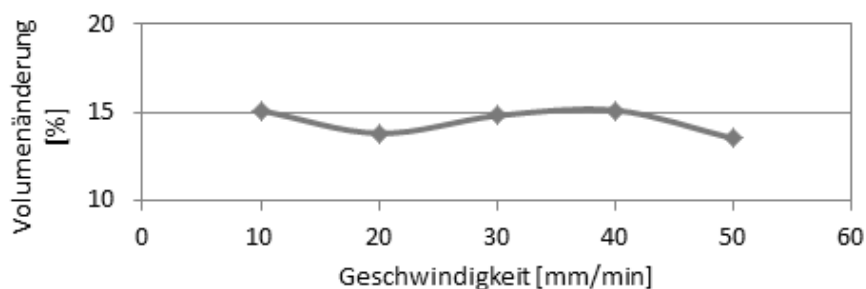


Abbildung 4-8: Abhängigkeit der Kompressibilität von der Geschwindigkeit. In dem recht kleinen Intervall zwischen 10 und 50 mm/min besteht keine Abhängigkeit. Untersuchungen höherer Geschwindigkeiten konnten maschinenbedingt nicht durchgeführt werden.

Die bisherigen Druckversuche wurden bei einer Geschwindigkeit von 10 mm/min durchgeführt. Dies ist die Standardprüfgeschwindigkeit der Materialprüfmaschine und kann theoretisch bis auf 1.000 mm/min erhöht werden. Die beim Ringrakeln üblichen Geschwindigkeiten reichen von 1.000 bis 5.000 mm/min (beim Hubrakel sind höhere Werte möglich). Bei Testversuchen kam es jedoch bereits bei 100 mm/min zu maschi-



nenbedingten Abbrüchen, weswegen sich auf Geschwindigkeiten von 10 bis 50 mm/min beschränkt werden musste. Anhand der Abbildung 4-8 ist schließlich zu erkennen, dass die Geschwindigkeit zumindest in dem untersuchten Bereich keinen Einfluss auf die Volumenänderung bzw. Kompressibilität besitzt. Daraus ist zu schlussfolgern, dass die Inhomogenität beim Ringrakelsystem u. a. auf die unterschiedlichen Schergeschwindigkeiten zurück zu führen ist.

## 4.2 Einfluss der Oberflächenstrukturen

Für die Auswertung des Reibversuchs wurden von jeder Pulver- und Probenpaarung fünf Messungen zu je 30 Sekunden durchgeführt. Die Software ermittelte automatisch aus den 30-sekündigen Messungen die mittlere Reibkraft  $F_R$ . Aus dem Gewicht der Probe und der Probenhalterung wird schließlich die Normalkraft  $F_N$  berechnet, sodass über die Coulombsche Reibungsgleichung (siehe Gleichung 4-1) der Reibungskoeffizient  $\mu$  ermittelt werden kann.

$$F_R = \mu * F_N \quad \text{Gleichung 4-3}$$

Aus den fünf Reibungskoeffizienten wird im Folgenden der Mittelwert für die Bewertung herangezogen. Die Ergebnisse der Untersuchung zwischen den Edelstahlproben und den Pulvern sind der Abbildung 4-9 zu entnehmen.

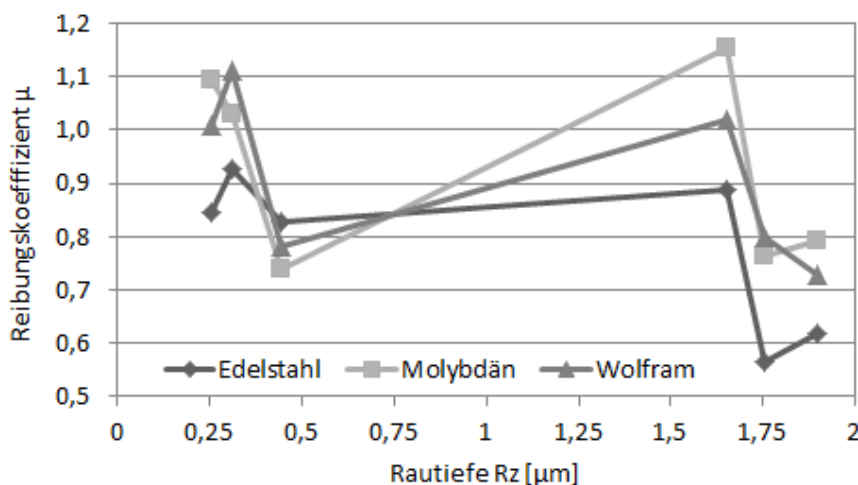


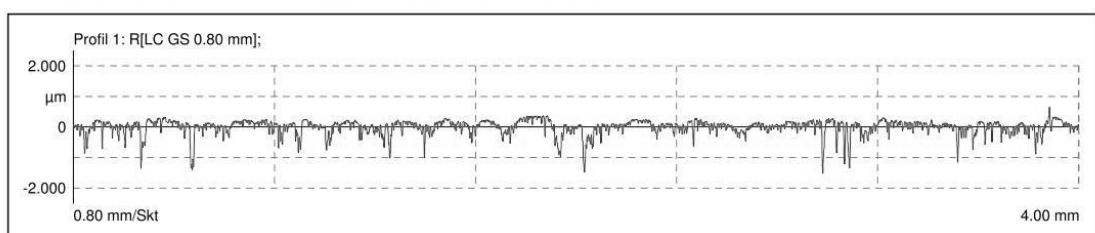
Abbildung 4-9: Reibungskoeffizient in Abhängigkeit der Rautiefe der Edelstahlproben. Anhand der Rautiefe können keine definierten Schlussfolgerungen für die Pulvermitnahme gezogen werden.

Es ist zu erkennen, dass die unterschiedlichen Rautiefen durchaus einen Einfluss auf den Reibungskoeffizienten besitzen. Laut den Erläuterungen aus Kapitel 3.4, sollte die Reibung durch die Vergrößerung des Abstands zwischen Partikel und Wandprobe bis zu einer bestimmten Rauigkeit sinken. Infolge der zunehmenden Rauigkeit und den daraus resultierenden höheren Haftkräften sollten diese jedoch wieder ansteigen. Dies

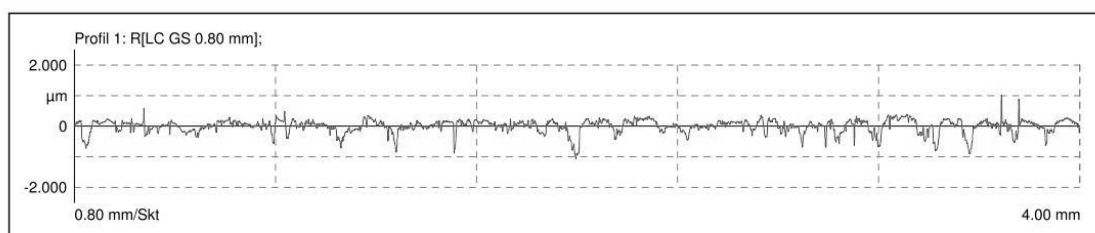
kann anhand der Ergebnisse nicht nachgewiesen werden. Bei den Edelstahlproben ist sogar der Fall eingetreten, dass die Reibkraft mehrfach ihre Intensität ändert.

Weiterhin ist festzustellen, dass die Reibung in einigen Bereichen trotz größerer Unterschiede in der Rautiefe näherungsweise konstant ist. So steigt der Reibungskoeffizient bei einer Rautiefenänderung der Edelstahlprobe von 0,23 auf 1,6  $\mu\text{m}$  lediglich um 4,9 % bei Edelstahlpulver bzw. um 0,9 % bei Wolframpulver. Eine Ursache für dieses Ergebnis könnte in der Partikelgröße liegen. So besitzen die kleinsten Edelstahlpartikel eine Größe zwischen zwei und drei Mikrometer, sodass diese nicht in die Täler der Oberfläche eindringen können. Dagegen spricht jedoch, dass die kleinsten Wolframpartikel eine Größe von 0,4  $\mu\text{m}$  besitzen und somit bei den niedrigeren Rautiefen noch ungehindert über der Oberfläche gleiten können. Bei höheren Rautiefen kommt es hingegen immer öfters dazu, dass einzelne Partikel in den Tälern hängen bleiben. Dies führt schließlich zu einem höheren Widerstand für die darauffolgenden Partikel und damit zu einer Erhöhung der Reibkraft. Neben der Partikelgröße und Rautiefe muss es somit eine weitere Abhängigkeit geben, welche anhand der Abbildung 4-10 erläutert werden soll.

a) Oberflächenprofil von Edelstahl im unbehandelten Zustand



b) Oberflächenprofil von Edelstahl nach dem Schleifen (80er SiC)



c) Oberflächenprofil von Edelstahl nach dem Schleifen (800er SiC)

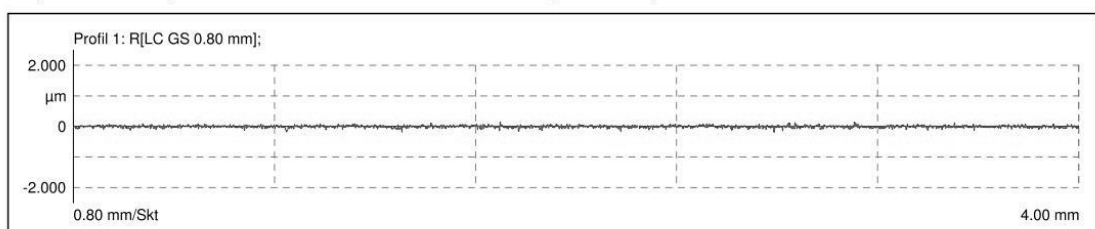


Abbildung 4-10: Vergleich der Oberflächenprofile zwischen verschiedenen Schleifprozessen. Neben der Rautiefe beeinflussen auch die Anzahl und Breite der Täler die Reibkräfte.

Die Abbildung 4-10 zeigt die Oberflächenprofile von drei untersuchten Edelstahlproben. Die einzelnen Darstellungen wurden mit dem Profil- und Rauigkeitsmessgerät aufgenommen und sind für eine bessere Vergleichbarkeit im selben Maßstab dargestellt. Zu Beginn soll der Einfluss des Oberflächenprofils anhand des Vergleichs zwischen der unbehandelten Probe und der „800er“ Probe erläutert werden. Die Reibwerte dieser Proben sind trotz hoher Rautiefenunterschiede sehr ähnlich. Wie der Abbildung zu entnehmen ist, unterscheiden sich die Oberflächenprofile jedoch sehr deutlich voneinander, sodass die ermittelten Werte nicht direkt nachvollzogen werden können.

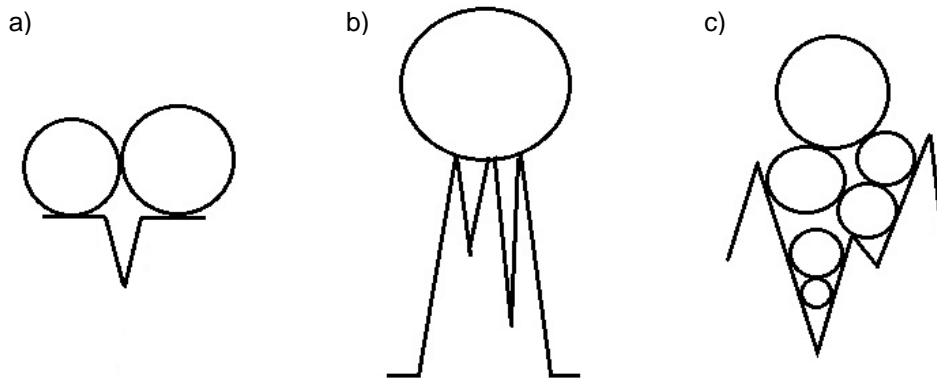


Abbildung 4-11: Einflussfaktoren des Oberflächenprofils auf die Haft- und Reibkräfte

- a) Niedrige Rautiefe und kleine Talbreite ergeben hohe Haft- und Reibkräfte
- b) Hohe Rautiefe und kleine Talbreite ergeben kleine Haft- und Reibkräfte
- c) Hohe Rautiefe und große Talbreite ergeben hohe Haft- und kleine Reibkräfte

Eine Erklärung für dieses Verhalten könnte ein Zusammenspiel zweier Mechanismen liefern. So führt das flache Profil der „800er“ Probe auf Grund der kleineren Abstände zwischen Partikel und Wandmaterial zu hohen Haft- und damit Reibkräften (Abbildung 4-11 a). Nimmt die Rautiefe zu, wobei die Abstände zwischen den Spitzen so klein bleiben, dass keine Partikel eindringen, so verringert sich wiederum die Haftkraft (Abbildung 4-11 b). Dieser Effekt ist z. B. beim Vergleich der Reibungskoeffizienten zwischen der Rautiefe von 0,23 und 0,45  $\mu\text{m}$  vorzufinden. Vergrößert sich die Rauigkeit bei gleichbleibender Talbreite weiter, müssten sich die Haftkräfte und damit der Reibungskoeffizient weiter reduzieren. Ein Anstieg wäre laut Kapitel 3.1.2 nur dann möglich, wenn die Spitzen der Oberfläche selbst als Partikel fungieren. Daraufhin müsste die höchste Rautiefe auch die höchsten Reibungskoeffizienten ergeben. Da dies nicht der Fall ist, muss neben dem Abstand ein weiterer Mechanismus wirken. Dazu wird im Folgenden der Einfluss der Anzahl und Breite der Täler erläutert. So führt das Füllen der Täler durch kleinere Partikel bei entfernteren Partikeln zur Reduzierung des Haftkrafteinflusses durch das Wandmaterial (Abbildung 4-11 c). Daraus lässt sich ableiten, dass diese Partikel besser fließen und somit über die oberflächennahen Partikel abgleiten. Diese Vermutung wird dadurch bekräftigt, dass der Reibungskoeffizient wiederum bei zunehmender Rauigkeit sinkt. Zudem bestätigt *Bloß* (Shear Test) dieses Verhalten bei anderen Untersuchungen. Auch die wechselnden Verhältnisse der Pulver

untereinander können so erklärt werden, denn je nach Partikelverteilung ergibt sich ein unterschiedlicher Füllungsgrad der Täler.

Bei den Keramikproben ergibt sich ein ähnliches Bild, wobei die Reibungskräfte im Schnitt größer als bei Edelstahl sind (siehe Abbildung 4-12). So sind die Werte im unbehandelten Zustand noch vergleichbar, bei höheren Rauigkeiten steigen sie jedoch im Gegensatz zu den Edelstahlproben an. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die Oberflächenstrukturen auf Grund des unterschiedlichen Verhaltens beim Schleifen ein gröberes Profil aufweisen (vgl. Abbildung 4-10 mit Abbildung 4-13).

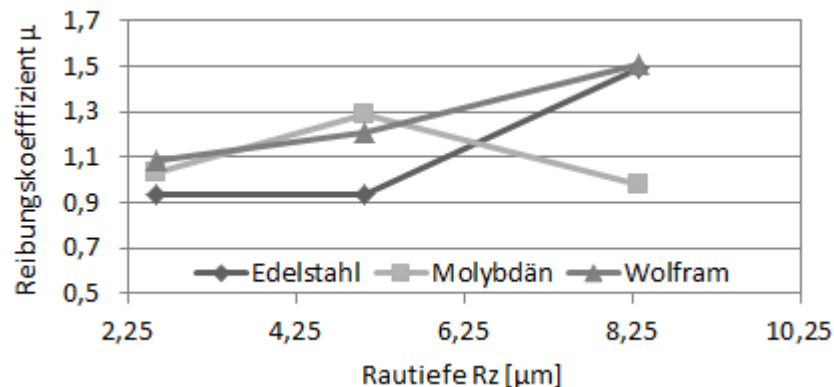


Abbildung 4-12: Reibungskoeffizient in Abhängigkeit von der Rautiefe (Keramikproben). Die Reibungskoeffizienten sind höher als bei den Edelstahlproben. Mit zunehmender Rautiefe führt das grobe Oberflächenprofil zu einem Anstieg der Reibungskraft.

So kommt es beim Schleifen der Keramik durch die hohe Festigkeit bzw. dem daraus resultierenden spröden Verhalten zum Abplatzen vereinzelter Partikel. Daraus ergibt sich eine stark strukturierte Oberfläche, welche einen größeren Widerstand beim Gleiten der Partikel hervorruft. Beim Schleifen von Edelstahl hingegen, ist der Abtrag gleichmäßiger. Weiterhin ist der Abbildung 4-12 zu entnehmen, dass sich bei der Paarung von Molybdänpulver und der Wandprobe mit einer Rautiefe von 8,3  $\mu\text{m}$  nicht die beschriebene Reibkrafterhöhung einstellt. Da sich die Pulver, speziell im Vergleich zum Wolfram, ähnlich verhalten sollten, ist dies auf einen möglichen Fehler in der Versuchsvorbereitung zurückzuführen.

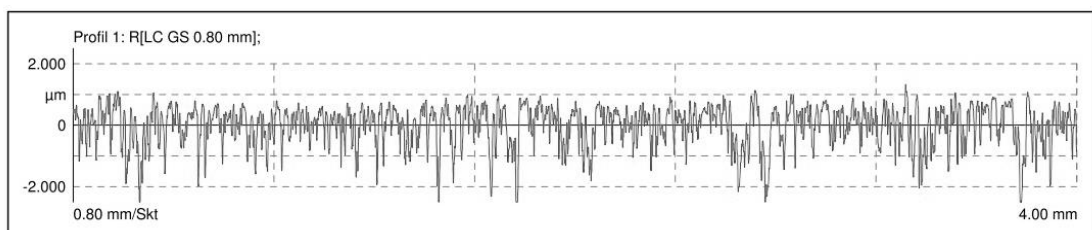


Abbildung 4-13: Oberflächenprofil von Keramik nach dem Schleifen (20er Diamant). Große Rautiefe und hohe Anzahl von Tälern führen zu hohen Haft- und Reibkräften.

Nach der Vorstellung der Ergebnisse und der Schilderung des Einflusses des Oberflächenprofils folgt nun eine Beschreibung einiger Auffälligkeiten während der Untersuchungen. Ein großes Problem stellte u. a. die Pulvermitnahme durch die Wandprobe und deren Halterung dar. Wie bereits bei der Beschreibung des Aufbaus erklärt wurde, ist dies ein Grund der instabilen Führung der Probe. Dadurch kommt es zu einer Neigung der Probe, wodurch sich diese in das Pulver eingräbt (siehe Abbildung 4-14 a). Um diesen Einfluss zu minimieren, wurden die Kanten der Proben abgerundet. Daraufhin konnten die Partikel besser unter die Probe abgeleitet werden.

Weiterhin konnte beobachtet werden, dass zu Beginn jeder Messung der Gleitvorgang zu einer annähernd homogenen Pulverschicht führte. Doch im Laufe der Untersuchung häuften sich trotz runder Kanten einige Partikel vor der Probe an, welche schließlich Agglomerate bildeten. Diese verursachten daraufhin linienförmige Fehler, ähnlich wie sie in Abbildung 1-2 zu vorzufinden sind. Auch durch weitere Überfahrten konnten diese nicht mehr mit Pulver aufgefüllt werden. Es ist somit unbedingt darauf zu achten, dass die Pulvermitnahmen an sich oder aber die Bildung von Agglomeraten zu verhindern ist. Unter anderem könnte eine optimierte Kanten geometrie am Raket, oder an kritischen Stellen wie den Übergängen zur Bauplattform, Abhilfe schaffen.

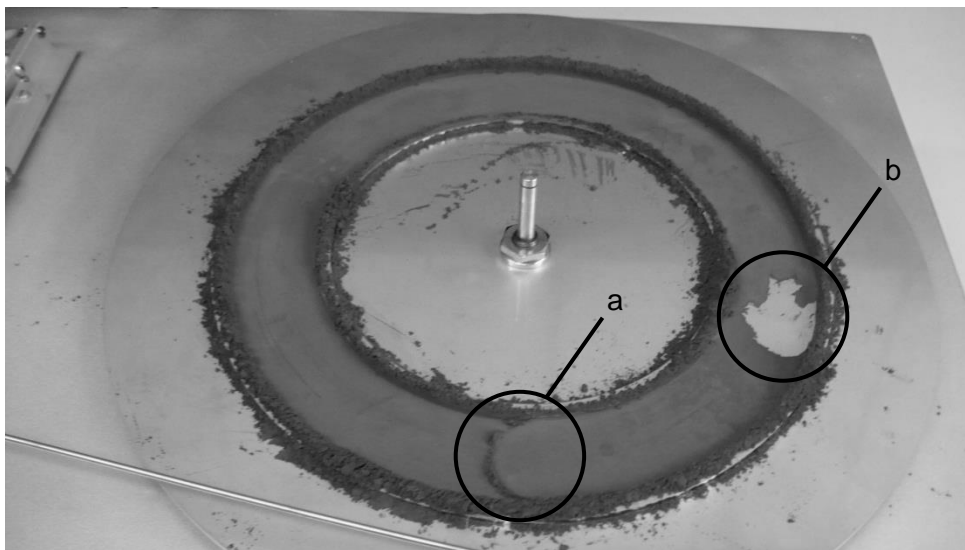


Abbildung 4-14: Auffälligkeiten beim Reibversuch, welche durch eine instabile Führung hervorgerufen wurden a) Pulvermitnahme b) Schichtbruch

Die linienförmigen Fehlstellen durch die Mitführung von Partikeln führten jedoch nicht zu einem Abbruch der Messung, da das Gleiten der Proben nicht weiter behindert wurde. Ausschlaggebend für einen Abbruch auf Grund größerer Inhomogenität war dagegen der Bruch einer größeren Partikelschicht (siehe Abbildung 4-14 b). Dieser Bruch ergab sich bei einem Großteil der Paarungen, doch die dafür benötigte Zeit unterschied sich erheblich. So mussten Messungen teilweise mehrmals wiederholt werden, bei anderen Paarungen hingegen konnte eine gesamte Messreihe aufgenommen werden. Zurückzuführen ist dies auf das Zusammenspiel zwischen der Kohäsion, der Adhäsion zur Grundplatte bzw. zur Wandprobe und der Kompressibilität. So konnte festgestellt

werden, dass die Versuche mit Edelstahlpulver für einen Schichtbruch am Anfälligsten waren. Die Ursache liegt darin, dass die Partikel weniger aneinander, sondern verstärkt an der Wandprobe haften bleiben. Dadurch werden die weiteren Partikel in Bewegungsrichtung zusammengepresst, sodass die Haft- und Reibkräfte stärker wirken. Dies führt wiederum dazu, dass eine immer größere Anzahl an Partikeln mitgezogen wird, bis schließlich ein vollständiger Bruch einer Schicht eintritt. Bei Wolfram und Molybdän trat der Schichtbruch, vergleichbar mit den flächigen Fehlstellen deutlich später und auch nur bei hohen Reibkräften auf.

Beim Aufzug des Pulvers in der Prüfvorrichtung war eine weitere Auffälligkeit bzgl. des Wirkens von Kohäsion und Adhäsion zu erkennen. So ließ sich Edelstahlpulver am Schlechtesten aufziehen, da es verstärkt am Rakel haften blieb und weiteres Pulver vor sich herschob. Der Winkel des Rakels spielte dabei kaum eine Rolle, wohingegen bei Wolfram und Molybdän das Aufziehen des Pulvers bei einem flachen Winkel ohne größere Probleme möglich war. Bei der Homogenität der Schicht zeigte sich jedoch der Vorteil von Edelstahl. Sofern eine Schicht aufgezogen werden konnte, war diese größtenteils homogen, da die Partikel seltener zur Agglomeratbildung neigten. Bei Wolfram und Molybdän entstand dagegen eine mit Fehlstellen überzogene Oberfläche, welche durch einen im Nachhinein aufgebrachten Druck homogenisiert werden konnte.

Zum Schluss soll noch auf zwei Fakten eingegangen werden. Zum einen ist der aus der Festkörperreibung bekannte Stick-Slip-Effekt auch bei den Pulvern vorzufinden. Dieser Effekt wird durch die Wechselwirkungen von Adhäsion, Kohäsion und den Partikelkontakten hervorgerufen und ist deutlich in den aufgenommen Graphen zu erkennen (siehe Anlage A-3). Möglicherweise ist dieser Effekt ein Grund für die linienförmigen Fehler beim Ringrakel. In Kapitel 4.5 wird sich herausstellen, ob dieser Einfluss bestätigt werden kann. Der letzte Punkt betrifft den Einfluss der Geschwindigkeit auf die Reibkraft. Laut dem Gesetz von Coulomb besitzt diese bei kleinen Massen keinen Einfluss. Mittlerweile wurde dies jedoch durch *Baumberger* [27] widerlegt. Nach seinen Erkenntnissen ist der Einfluss der Geschwindigkeit bei fluidähnlichen Paarungen, kurz nach dem Übergang zur Gleitreibung am größten. Anhand drei unterschiedlicher Geschwindigkeiten, konnte dies zum Teil bestätigt werden. So steigt der Reibwert von Edelstahl bei einer Erhöhung der Geschwindigkeit von 2.180 mm/min auf 2.800 mm/min um 0,8. Nach einer weiteren Geschwindigkeitserhöhung vergrößert sich der Reibwert nur noch um 0,2. Eine eindeutige Aussage für die Prozessparameter sollte daraus jedoch nicht gewonnen werden können. So hat die Schergeschwindigkeit laut *Grossmann* [21] zumindest auf die wirkenden Spannungen, und somit auf die Verdichtung, keinen Einfluss. Welche tatsächliche Auswirkung die Schergeschwindigkeit auf den Pulveraufzug besitzt, ist somit bei der Untersuchung der Homogenität zu klären.

## 4.3 Fließeigenschaften und Wandreibungskoeffizient

### 4.3.1 Druckfestigkeit

Bereits in Kapitel 4.1.1 und 4.1.3 wurde auf den Zusammenhang zwischen Verdichtung und Fließfähigkeit hingewiesen. In der Pulvermetallurgie wird jedoch häufig eine andere Kenngröße zur Beschreibung der Auswirkungen unterschiedlicher Verdichtungen herangezogen. Zudem kann diese neben dem Scherversuch auch mit einem einfacheren Versuchsaufbau beschrieben werden [11]. Im ersten Schritt wird das zu untersuchende Pulver in einen Behälter gefüllt und verdichtet. Der dabei verwendete Druck wird als Verfestigungsspannung bezeichnet und dient als Anhaltspunkt für Vergleichsmessungen. Anschließend wird der Behälter entfernt, wobei das Pulver auf Grund der wirkenden Haftkräfte seine Form beibehält. Zum Schluss wird das verdichtete Pulver so lange vertikal belastet, bis ein Bruch der Probe eintritt. Die zum Bruch notwendige Spannung wird als Druckfestigkeit bezeichnet und dient schließlich der Bewertung der Fließfähigkeit.

Wie die Abbildung 3-15 zeigt, ähnelt der Druckfestigkeitsverlauf dem der relativen Dichte beim Druckversuch. Die Ursache liegt darin, dass beide Kenngrößen von den wirkenden Haftkräften und den damit einhergehenden Packungszuständen abhängig sind. Doch beim Vergleich der Werte der Druckfestigkeit mit den relativen Dichten aus Tabelle 4-3 fällt auf, dass sich die Unterschiede der Pulver nicht im gleichen Maße deuten lassen. So ergeben sich bei der relativen Dichte schon zu Beginn sehr große Unterschiede, was darauf schließen ließ, dass Edelpulver deutlich besser als beispielsweise Wolframpulver fließt. Bei der Druckfestigkeit zeigen sich hingegen bei kleinen Verfestigungsspannungen kaum Unterschiede. Dies bedeutet, dass aus den Werten der relativen Dichte keine Schlussfolgerungen auf das Fließverhalten der Pulver gezogen werden können.

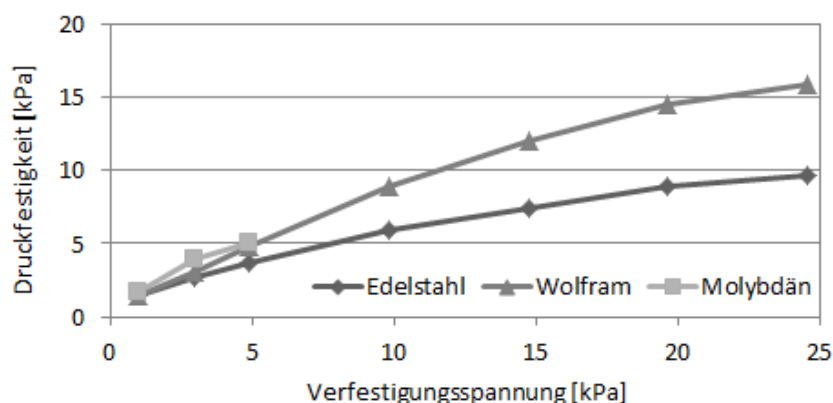


Abbildung 4-15: Druckfestigkeit in Abhängigkeit von der Verfestigungsspannung. Mit zunehmenden Druck und abnehmender Partikelgröße steigt der Widerstand gegen das Fließen.

Neben der relativen Dichte ist mit dem Verlauf der einaxiale Verdichtbarkeit eine weitere Ähnlichkeit vorzufinden, wobei die Unterschiede zwischen den Pulvern mit dem der Druckfestigkeit zu vergleichen sind. So ist zu erkennen, dass diese sich bei kleinen Spannungen nahezu identisch verhalten und erst mit Zunahme der Verfestigung die Unterschiede auf Grund der verschiedenen Verdichtbarkeit deutlich werden. Beim Scherversuch ist dies darauf zurückzuführen, dass ein Fließen nur dann eintreten kann, wenn sich die verdichteten Pulver wieder lockern und eine sogenannte Scherzone bilden [11]. Da sich mit zunehmender Verfestigungsspannung die relative Dichte und damit die Kontaktanzahl erhöht, steigt bekanntermaßen die Summe der wirkenden Haftkräfte. Wie dem Verlauf der Graphen zu entnehmen ist, steigt somit die für die Bildung einer Scherzone notwendige Schubspannung. Da sich die Haftkräfte umso stärker auswirken, je kleiner die Partikel sind, ist beim Wolframpulver eine höhere Druckfestigkeit als beim Edelpulver zu erkennen.

Den Ergebnissen der Druckfestigkeit ist zu entnehmen, dass beim Ringraket der Einfluss der Partikelgröße eine untergeordnete Rolle spielt und die verwendeten Massen keine großen Auswirkungen besitzen. Bei den neuen Rakelsystemen hingegen, müssen die zu wählenden Drücke bzgl. der verwendeten Pulver ermittelt und angepasst werden. Dabei ist darauf zu achten, dass mit zunehmender Verfestigungsspannung die Scherzone und damit das fließende Volumen abnimmt. Zum Schluss sei noch anzumerken, dass es mit Hilfe der einaxialen Verdichtbarkeit möglich sein sollte, ohne aufwendige Untersuchungen, neue Pulver bzgl. ihrer Druckfestigkeit zu beurteilen.

### 4.3.2 Kohäsion

Bei der Messung der Druckfestigkeit spielt die elastische Verformung des Pulvers und die Kohäsion eine große Rolle. Die elastische Verformung bzw. der Versatz, der sich kurz vor dem Fließen einstellt, zählt jedoch nicht zu den Fließeigenschaften und wird deshalb im Scherversuch nicht festgehalten. Dies ist auch nicht notwendig, da deren Ausprägung u. a. in der Kohäsion berücksichtigt wird. So beschreibt die Kohäsion die notwendige Schubspannung, welche für das Beginnen des Fließens auf Grund der wirkenden Haftkräfte notwendig ist [11].

Wie der Abbildung 4-16 zu entnehmen ist, besitzt die Kohäsion einen annähernd linearen Verlauf, wobei Wolfram einen steileren Anstieg als Edelpulver besitzt. Der unterschiedliche Anstieg ist den wirkenden Haftkräften zuzuordnen, doch die Linearität kann damit nicht erklärt werden. So ist bekannt, dass bei zunehmender Verdichtung bei gleichzeitig steigenden Haftkräften ein degressiver Verlauf zu erwarten ist (siehe Druckfestigkeit). Eine Erklärung für die Linearität dürfte die Dilatanz bieten. Diese beschreibt das Vermögen eines Pulvers, auf Grund von Scherbeanspruchungen das Volumen zu ändern. Diese Eigenschaft kam bereits bei der Erläuterung der Druckfestigkeit zum Vorschein. So bildete sich mit zunehmender Verfestigungsspannung eine immer dünnere Scherzone aus. Infolge der kleineren Partikelanzahl die dadurch zu



bewegen sind, müssen insgesamt weniger Haftkräfte überwunden werden. Speziell für die neuen Rakelsysteme könnte die lineare Zunahme der Kohäsion ein Problem darstellen, da diese mit relativ hohen Verfestigungsspannungen arbeiten und auf Grund der starren Konstruktion die Dilatanz behindern. Ein Fließen des Pulvers würde somit erschwert werden.

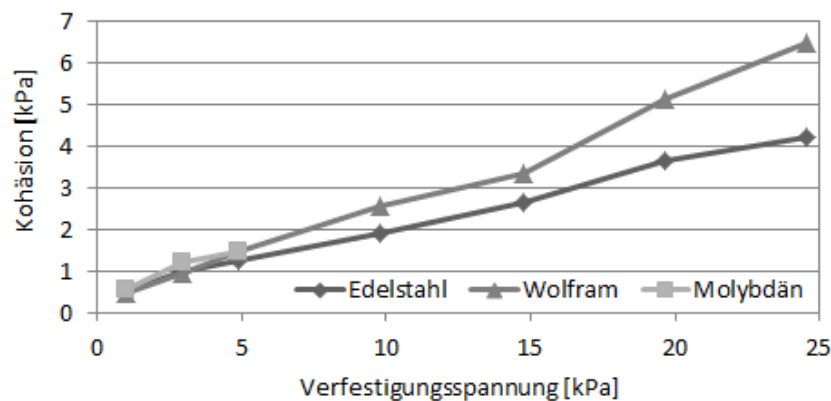


Abbildung 4-16: Kohäsion in Abhängigkeit von der Verfestigungsspannung. Es ist eine lineare Abhängigkeit vom Druck zu erkennen, welche durch die Dilatanz hervorgerufen wird.

### 4.3.3 Reibungswinkel

Eine weitere Kenngröße für die Beurteilung des Versatzes ist der innere Reibungswinkel. Wie der Name vermuten lässt, wird damit die Reibung zwischen den Partikeln beschrieben. Mathematisch betrachtet ist der innere Reibungswinkel der Anstieg des Fließortes, der beim Schertest ermittelt wird. Dadurch ist es möglich, je nach aufgebrachtem Druck, die für ein Fließen notwendigen Schubspannungen zu berechnen. Der Literatur [6] ist zu entnehmen, dass ein kleiner innerer Reibungswinkel eine gute Fließfähigkeit repräsentiert. So haben beispielsweise frei fließende Pulver einen inneren Reibungswinkel von annähernd  $0^\circ$ .

Das Problem besteht jedoch in der Anwendung, denn wie der Abbildung 4-17 zu entnehmen ist, kann sich der Wert je nach Verfestigungsspannung stark ändern. Zudem gibt es keine Anhaltspunkte, die eine detaillierte Bewertung der Fließfähigkeit ermöglichen, da speziell die geometrischen Parameter der Anlagen einen hohen Einfluss auf die Auswertung der Ergebnisse besitzen [19]. Am Beispiel der Befüllung einer Tablettenmaschine hat z. B. *Nürnberg* die Grenze des kohäsiven Bereichs bzgl. des inneren Reibungswinkels mit  $43^\circ$  definiert. Im Vergleich dazu, stellen die hier verwendeten Pulver mit maximal  $32,2^\circ$  ein positives Ergebnis dar. Weiterhin zeigt die Abbildung, dass die Reibung mit Zunahme der Verfestigungsspannung zu Beginn leicht ansteigt und ab 10 bzw. 15 kPa rasant abfällt. Der Anstieg ist dabei auf den dichter werdenden Packungszustand zurückzuführen, wohingegen beim Abfall zunehmend die Auswirkung der immer kleineren Scherzone zum Wirken kommt. Für den Pulveraufzug ist daraus zu schließen, dass mit zunehmendem Druck zwar die Kohäsion steigt, doch auf Grund

der kleineren Scherzone sich schließlich eine bessere Fließfähigkeit ergibt. In den weiteren Untersuchungen ist zu klären, ob dieser Effekt den Pulveraufzug positiv oder negativ beeinflusst.

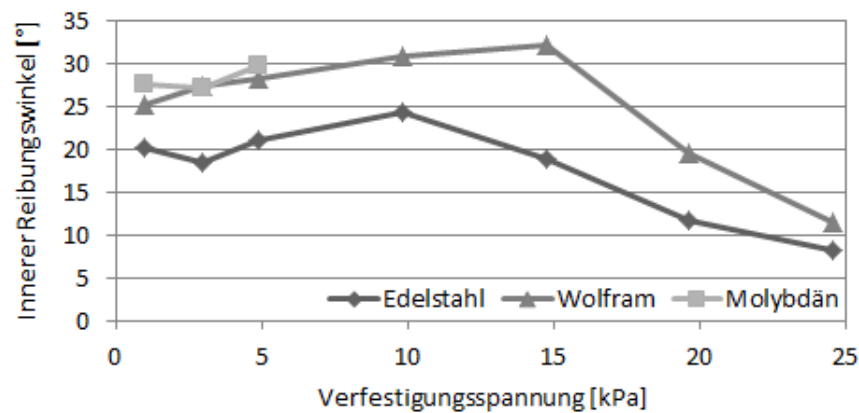


Abbildung 4-17: Innerer Reibungswinkel in Abhängigkeit von der Verfestigungsspannung. Es wird die Kohäsion beim stationären Fließen beschrieben. Der Einfluss der Kohäsion sinkt mit zunehmendem Druck.

Neben dem inneren Reibungswinkel, der die Spannungsverhältnisse beim Beginn des Fließens erfasst, ist in der Pulvermetallurgie auch die Reibung interessant, die während des gleichmäßigen bzw. stationären Fließens vorherrscht. Die entsprechende Kenngröße wird als effektiver Reibungswinkel bezeichnet und ergibt sich anhand der Differenz zwischen der größten und kleinsten Hauptspannung. Laut den Angaben von Tomas [17] steht eine kleine Differenz für eine gute Fließfähigkeit. Demzufolge ist der Abbildung 4-18 zu entnehmen, dass die Ergebnisse mit denen des inneren Reibungswinkels zu vergleichen sind und die Fließfähigkeit mit zunehmender Verfestigung steigt.

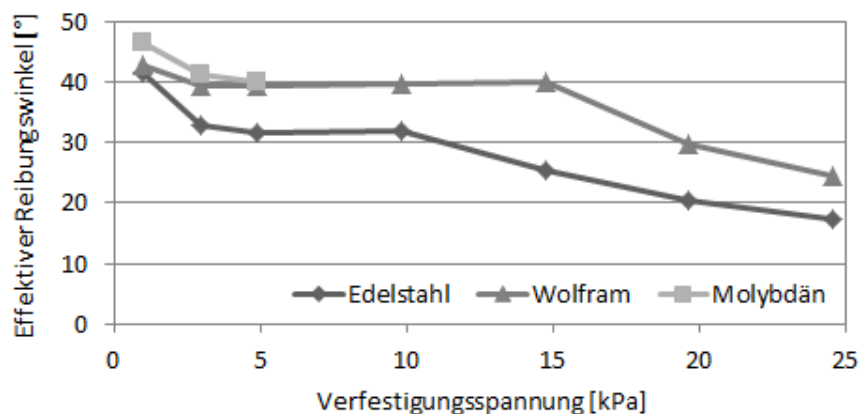


Abbildung 4-18: Effektiver Reibungswinkel in Abhängigkeit von der Verfestigungsspannung. Es wird die Kohäsion beim beginnenden Fließen beschrieben. Es konnten keine signifikanten Unterschiede zum effektiven Reibungswinkel festgestellt werden.

#### 4.3.4 Kontaktverfestigungskoeffizient

Eine weitere Kenngröße, die durch den Scherversuch ermittelt wird, spielt in der Fachliteratur bei der Beschreibung der Fließfähigkeit von Pulvern eine eher untergeordnete Rolle. So ist der elastisch - plastische Kontaktverfestigungskoeffizient ein Maß für die Kontaktsteifigkeit zwischen zwei Partikeln, welche in der Regel für die Modellierung von Kontaktmodellen genutzt wird. Mit Hilfe des Koeffizienten kann der Anstieg der Haftkraft infolge einer Verdichtung beschrieben werden. Dabei steht ein kleiner Wert für ein steifes Kontaktverhalten. Dies bedeutet, dass nur eine geringe Deformation der Partikel stattfindet und die Haftkraft somit keinen großen Anstieg erfährt. Ein großer Wert führt dagegen zu einer stärkeren Deformation, sodass sich die Kontaktfläche vergrößert und eine Haftkrafterhöhung resultiert [20]. Nach der Einschätzung von Tomas [11] sind Werte von unter 0,3 leicht bis frei fließend, bis 0,77 verhält sich ein Pulver kohäsiv und ab 0,77 ist ein Pulver schwer bis nicht fließend. Anhand der Abbildung 4-19 kann somit geschlussfolgert werden, dass die untersuchten Pulver zu Beginn als kohäsiv zu bewerten sind. Mit Zunahme der Verfestigungsspannung steigt der Koeffizient gegen den Wert von eins, sodass die bereits im Kapitel 4.1.5 ermittelte Kontaktdeformation bestätigt wird.

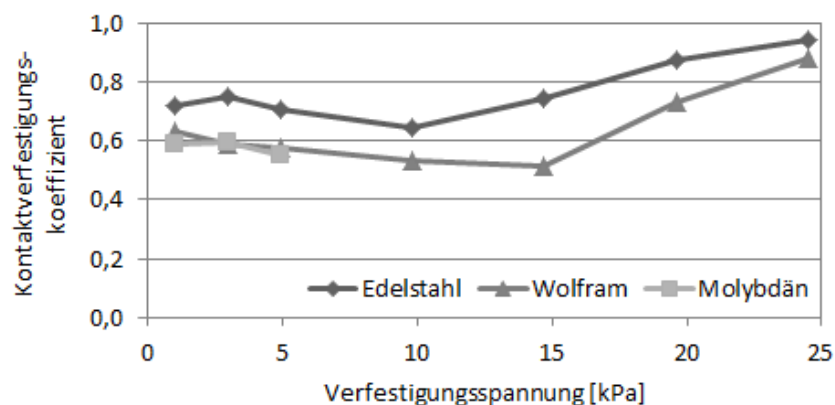


Abbildung 4-19: Kontaktverfestigungskoeffizient in Abhängigkeit von der Verfestigungsspannung. Bis zu einem Druck von 10 bzw. 15 kPa sinkt die Deformation der Partikel auf Grund der Abplattung. Bei höheren Drücken kann eine Deformation nichtmehr kompensiert werden.

#### 4.3.5 Fließfähigkeit

Wie bereits in der Einleitung von Kapitel 3.5 beschrieben wurde, war es das Ziel von *Jenike*, die Fließeigenschaften von Pulvern mit möglichst wenigen Kenngrößen zu beschreiben. Auch wenn die bisherigen Kenngrößen verschiedene Eigenschaften und damit Interpretationsmöglichkeiten darstellen, führte *Jenike* mit der Fließfähigkeit eine bis heute allgemeingültige Größe zur Bewertung von Pulvern ein [22]. Dabei griff er auf eine bereits vorgestellte Kenngröße zurück und legte für deren Bewertung mehrere Grenzen fest. Diese sind nicht an eine spezielle Pulver- bzw. Schüttgutgruppe gekoppelt, sodass deren Aussagekraft jedoch nur für eine grobe Einschätzung herangezogen werden kann. Dies ist beispielsweise an den kleinen Unterschieden zwischen den un-

tersuchten Pulvern zu erkennen. Die Fließfähigkeit ergibt sich schließlich aus dem Verhältnis zwischen der Druckfestigkeit und der Verfestigungsspannung und wird in der Regel in Form der Abbildung 4-15 dargestellt [11]. In diese Darstellung werden dann die Grenzen aus Tabelle 4-6 als Geraden eingezeichnet. Werden mehrere Pulver miteinander verglichen, bietet es sich jedoch an, direkt die Fließfähigkeit in Abhängigkeit von der Verfestigungsspannung darzustellen.

Fließfähigkeit	Bewertung der Fließfähigkeit
< 1	nicht fließend
1 – 2	sehr kohäsiv
2 – 4	kohäsiv
4 – 10	leicht fließend
> 10	frei fließend

Tabelle 4-6: Bewertung der der Fließfähigkeit von Pulvern [11, 22]

Abbildung 4-20 zeigt schließlich die Fließfähigkeiten der untersuchten Pulver, wobei deren Verlauf mit den bereits getroffenen Aussagen zu vergleichen ist. So sind die Pulver zu Beginn der Verfestigung laut Tabelle 4-6 als sehr kohäsiv zu bewerten, was auf die hohe Druckfestigkeit feiner Pulver zurückzuführen ist. Mit zunehmender Verfestigungsspannung steigt die Fließfähigkeit auf Grund des degressiven Druckfestigkeitsverlaufs an, sodass sich die Pulver kohäsiv verhalten. Dieser Übergang bei der Bewertung ist jedoch nicht ungewöhnlich und ein in der Literatur [11, 22] häufig vorzufindenden Verlauf. Zurückzuführen ist dies auf den bereits genannten degressiven Verlauf sowie auf die steifen Grenzen. Aussagekräftiger ist dagegen der mit zunehmender Verfestigungsspannung relativ konstante Anstieg. Dieser beweist das Vorhandensein von kohäsiven Pulvern und damit, eine eher schlechte Fließfähigkeit.

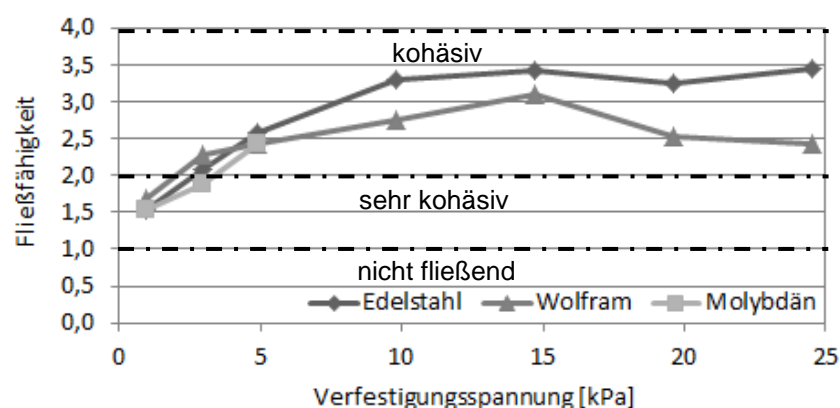


Abbildung 4-20: Fließfähigkeit in Abhängigkeit von der Verfestigungsspannung. Der Verlauf der Fließfähigkeit bestätigt, dass sich die untersuchten Pulver kohäsiv verhalten. Weiterhin ist festzustellen, dass die Fließfähigkeit bei sehr kleinen Drücken am schlechtesten ist.

Ein Problem bei der Bewertung von Pulvern mit Hilfe der Fließfähigkeit besteht jedoch in den unterschiedlichen Feststoffdichten. Gerade im vorliegenden Fall, bei dem Wolfram eine deutlich höhere Dichte als z. B. Edelstahl besitzt ( $19,3$  zu  $7,98 \text{ g/cm}^3$ ), können die ermittelten Werte zum Teil vom tatsächlichen Fließverhalten abweichen. Der Grund dafür liegt in der höheren Gewichtskraft, welche einen zusätzlichen Druck auf die Partikel hervorruft [11]. Die größten Auswirkungen hat dies in Anwendungen, bei denen von vornherein ein großes Volumen gelagert bzw. gefördert werden muss. Um den Einfluss der Dichte zu beachten, wird die Schüttdichte mit der Fließfähigkeit multipliziert. Für ein dimensionsloses Ergebnis, kommt zusätzlich die Dichte von flüssigem Wasser hinzu (siehe Gleichung 4-4) [6, 11].

$$ff_{\rho} = ff_c * \frac{\rho_a}{\rho_w} \quad \text{Gleichung 4-4}$$

Die nun berechnete Kenngröße wird als dichtegewichtete Fließfähigkeit  $ff_{\rho}$  bezeichnet. Wie der Abbildung 4-21 zu entnehmen ist, liegt der Vorteil bei der Beachtung der Dichte in der Spreizung der Werte, sodass Unterschiede leichter zu erkennen sind. Bis auf diese Spreizung kann jedoch keine neue Erkenntnis entnommen werden. Weiterhin fehlen in der Literatur Angaben über eine mögliche Verfeinerung der Grenzen. So wird lediglich die Aussage getroffen, dass höhere Werte eine bessere Fließfähigkeit ergeben. An dieser Stelle wäre der Verlauf des Molybdänpulvers interessant, was jedoch auf Grund fehlender Daten nicht möglich ist.

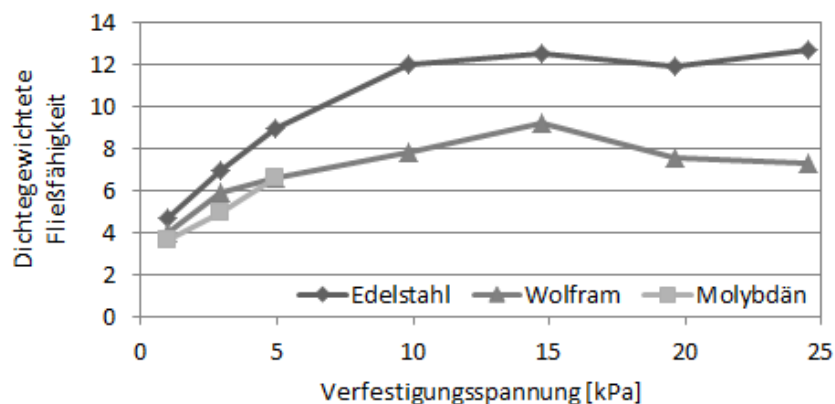


Abbildung 4-21: Dichtegewichtete Fließfähigkeit in Abhängigkeit von der Verfestigungsspannung. Um einen möglichen Einfluss der Gewichtskraft zu reduzieren, wird die Dichte der Pulver mit beachtet. Es konnten keine neuen Erkenntnisse gewonnen werden.

Im Folgenden wird eine Kenngröße vorgestellt, die neben der Druckfestigkeit und Verfestigungsspannung zusätzlich die kleinste Normalspannung beim stationären Fließen in die Bewertung mit einbezieht [6]. Diese Erweiterung dient dazu, ähnlich wie beim effektiven Reibungswinkel, sämtliche Einflüsse (z. B. Dilatanz) zu minimieren und lediglich das Verhalten während des Fließens zu beurteilen. Aus diesem Grund wird die Kenngröße als relative Fließfähigkeit bezeichnet. Für die Bewertung der Pulver bzgl. des Dom-Verdichters und Hubrakels ist diese Kenngröße jedoch nur bedingt einzusetzen, da deren Funktionsweisen nicht direkt auf dem stationären Fließen beruhen. Beim

Ringrakel hingegen kann davon ausgegangen werden, dass dieser Zustand während des Anfahrwegs erreicht wird.

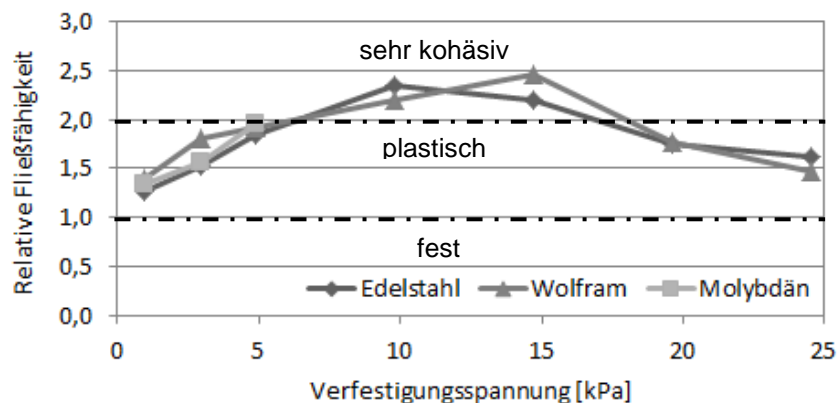


Abbildung 4-22: Relative Fließfähigkeit in Abhängigkeit von der Verfestigungsspannung. Es wird die Fließfähigkeit für das stationäre Fließen bewertet. Zwischen den untersuchten Pulvern sind keine signifikanten Unterschiede zu erkennen. Im Gegensatz zur allgemeinen Fließfähigkeit ergibt sich eine noch schlechtere Bewertung der Fließfähigkeit, die zudem mit zunehmender Verfestigungsspannung wieder abnimmt.

Anhand der neuen Grenzen aus Tabelle 4-7 und den Werten aus der Abbildung 4-22 ist zu schlussfolgern, dass die untersuchten Pulver bzgl. dem stationären Fließen noch schlechter als bei der allgemeinen Fließfähigkeit einzustufen sind. Weiterhin ist festzustellen, dass kaum noch Unterschiede zwischen den Pulvern zu erkennen sind. Ob dies durch die Untersuchungen bestätigt werden kann, ist den nachfolgenden Kapiteln zu entnehmen. Schließlich ist noch der Verlauf des Graphen zu erwähnen. Im Gegensatz zu den bereits vorgestellten Fließfähigkeiten tritt keine Stagnation ein, sondern es kommt mit zunehmender Verfestigung zu einem Abfall der Fließfähigkeit. Für die Prozessparameter des Ringrakels bedeutet dies, dass eine stetige Erhöhung der Gewichte nicht automatisch eine Verbesserung des Pulveraufzugs bedeuten muss. Welcher Druck die besten Ergebnisse liefert, muss somit experimentell ermittelt werden.

Rel. Fließfähigkeit FLR	Bewertung der Fließfähigkeit
< 1	fest
1 – 2	plastisch
2 – 5	sehr kohäsiv
5 – 15	kohäsiv
15 – 25	schwach kohäsiv
> 25	kohäsionslos

Tabelle 4-7: Bewertung der rel. Fließfähigkeit von Pulvern [6]

Mit den bisherigen vorgestellten Kenngrößen wurde gezeigt, dass Pulver auf sehr vielfältige Weise charakterisiert werden können. Problematisch ist jedoch die Interpretation der Ergebnisse. So ist dem effektiven Reibungswinkel zu entnehmen, dass die Fließfä-

higkeit mit zunehmender Verfestigungsspannung ab 10 bzw. 15 kPa steigt. Wird diese Aussage mit der relativen Fließfähigkeit verglichen, ist jedoch ein Widerspruch zu erkennen. Es ist somit festzuhalten, dass die hier vorgestellten Kenngrößen nur als grobe Bewertung der Pulver dienen können.

#### 4.3.6 Wandreibungskoeffizient

Die letzte Kenngröße, die dem Scherversuch entnommen werden kann, ist der Wandreibungskoeffizient. Dieser beschreibt die Adhäsion der Pulver bei der Paarung mit verschiedenen Wandmaterialien. Mit Hilfe der Ergebnisse soll es am Ende möglich sein, entsprechend der Funktionsweise der jeweiligen Rakelsysteme vorteilhafte Wandmaterialien zu wählen. Beim Ringrakel ist beispielsweise eine reibungsarme Paarung von Vorteil, um den Pulveraufzug nicht durch haftende Partikel zu beschädigen. Beim Hubrakel ist hingegen eine hohe Adhäsion für eine bessere Pulvermitnahme von Vorteil. Mit Keramik und Edelstahl wurden die am häufigsten in den Anlagen eingesetzten Materialien untersucht. Da Keramik sehr spröde ist und Edelstahl wiederum recht verschleißanfällig, wurde mit POM (Polyoxymethylen/Polyacetal) ein Kunststoff hinzugezogen, der gute Gleiteigenschaften mit einer für Kunststoffe hohen Verschleißfestigkeit besitzt.

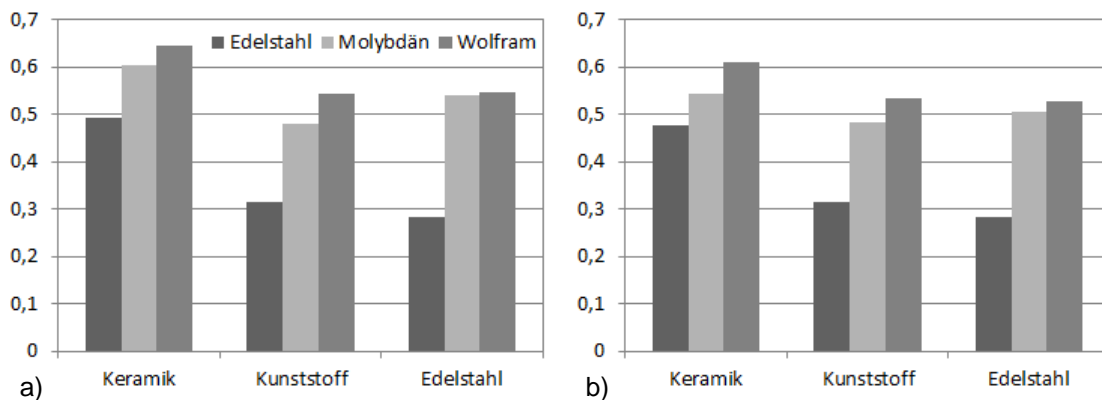


Abbildung 4-23: Vergleich der Wandreibungskoeffizienten bei den Paarungen der Pulver mit Keramik, Kunststoff (POM) und Edelstahl (VA). Informationen zu den verwendeten Materialien sind der Anlage A-1 zu entnehmen. Die grobe Oberflächenstruktur führt bei Keramik zu höheren Wandreibungskoeffizienten. Umgekehrt führt die feine Oberfläche von Kunststoff und Edelstahl zu annähernd identischen Werten zwischen dem Haftreibungskoeffizient (a) und Gleitreibungskoeffizient (b).

In Abbildung 4-23 sind die Ergebnisse der Versuche zusammengefasst. Der Wandreibungskoeffizient wird dabei zum einen für das beginnende Fließen (Haftreibungskoeffizient) und zum anderen für das stationäre Fließen (Gleitreibungskoeffizient) ermittelt. Große Unterschiede zwischen diesen beiden Werten können jedoch nicht festgestellt werden. Lediglich bei Keramik ist die typische Minderung zu erkennen, was auf die gröbere Oberflächenstruktur zurückzuführen ist. Interessanter ist jedoch die Tatsache, dass Keramik deutlich höhere Reibungskoeffizienten als Edelstahl und Kunststoff be-

sitzt. Dies ist deshalb interessant, da Keramik zurzeit als primärer Werkstoff für die Oberflächen der Rakel zum Einsatz kommt. Somit wird zwar dem Verschleiß durch die ständige Reibung entgegengewirkt, die Qualität des Pulveraufzugs auf Grund der erhöhten Pulvermitnahme jedoch verschlechtert.

#### 4.4 Kräfte am Ringrakel

Bei den Untersuchungen der Auswirkungen verschiedener Prozessparameter auf die Kräfte am Ringrakel wurden als Erstes die systembedingten Kräfte ermittelt, welche auf Grund der unterschiedlichen Rakelformen und Geschwindigkeiten wirken. Die Reibkraft zwischen Rakel und Arbeitsplattform stellt dabei den größten Widerstand dar. Durch die größere Auflagefläche des Standardrakels sollten sich bei diesem die größten Kräfte ergeben. In Kapitel 4.2 wurde darauf hingewiesen, dass die Geschwindigkeit laut dem Gesetz von Coulomb bei kleinen Normalkräften keinen Einfluss besitzt. Ein genauer Wert für die Normalkraft ist jedoch nicht bekannt, sodass von vornherein keine Aussage bzgl. der Auswirkung der Geschwindigkeit getroffen werden kann.

Geschwindigkeit [mm/min]	Standardrakel	Keilrakel
	Kraft [N]	Kraft [N]
1.000	5,405	4,913
3.000	5,049	5,070
5.000	4,601	4,214

Tabelle 4-8: Kräfte in Abhängigkeit der Rakelform und Geschwindigkeit. Ein signifikanter Einfluss der Rakelform kann nicht festgestellt werden. Weiterhin ist eine Neigung des Rakelarms auf Grund der kleinen Kräfte auszuschließen.

In Tabelle 4-8 sind die Ergebnisse der ersten Untersuchung aufgelistet. Wie dieser zu entnehmen ist, wirken mit ca. 5 N sehr kleine Kräfte am Rakelarm. Eine einflussnehmende Neigung des Rakelarms sollte somit weitestgehend auszuschließen sein. Jedoch bleibt diese bzgl. des Rakels nicht aus. Beobachtungen während der Versuchsdurchführung haben gezeigt, dass der Antrieb und die Lagerung des Rakels einen sehr großen Bewegungsspielraum bieten. Im Gegenzug wird dadurch eine größere Schwingung ermöglicht, welche durch die schrittweise Bewegung des Motors vermutlich verstärkt wird. Daraus resultiert, ähnlich der Klopfdichte, eine zusätzliche Verdichtung des Pulvers. Weiterhin wird durch die Schwingung eine zusätzliche kinetische Energie eingebracht, die das Fließen des Pulvers infolge der Überwindung der Kohäsion unterstützt. Wie dies den Pulveraufzug beeinflusst, ist dem Kapitel 4.5 zu entnehmen. Weiterhin ist festzustellen, dass die Werte der beiden Rakel entgegen der eingangs erwähnten Vermutung sehr ähnlich sind. So ergibt sich bei einer Geschwindigkeit von 3.000 mm/min eine Differenz von lediglich 0,021 N. bei der Betrachtung der weiteren Geschwindigkeiten ist zu erkennen, dass sich die Kraft unterschiedlich stark ändert. In Abbildung 4-24 ist ebenfalls die Kraft in Abhängigkeit von der Geschwindigkeit darge-



stellt, wobei hierbei das Edelstahlpulver und eine Belastung von 3,35 kPa zum Einsatz kam. Anhand dieser ist zu erkennen, dass sich die Abhängigkeit mit dem Einsatz der Pulver stärker unterscheidet. So konnten die größten Kräfte meist bei einer Geschwindigkeit von 3.000 mm/min gemessen werden. Welche Ursachen dies hat, wird in den nächsten Abschnitten erläutert.

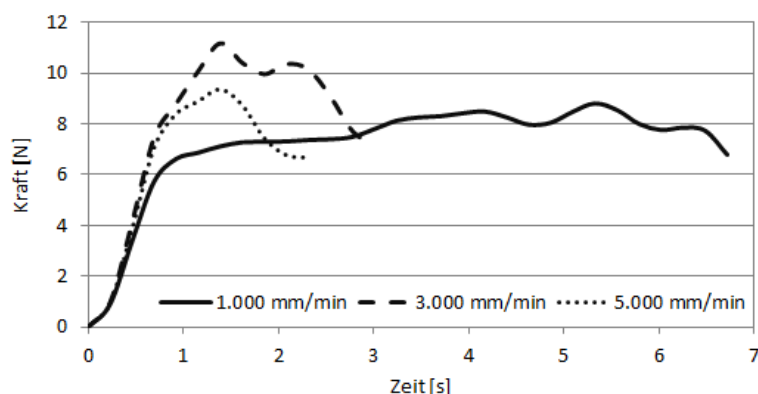


Abbildung 4-24: Vergleich der wirkenden Kräfte während des Pulveraufzugs in Abhängigkeit von der Geschwindigkeit. Prozessparameter: Standardraker, Edelstahlpulver und ein Druck von 3,35 kPa. Die wirkenden Kräfte sind bei einer Geschwindigkeit von 3.000 mm/min am höchsten.

Als nächstes erfolgt der Vergleich der Kräfte in Abhängigkeit von den Pulvern. Um den Einfluss der Neigung möglichst gering zu halten, wurden die Untersuchungen ohne Gewichte und bei einer Geschwindigkeit von 1.000 mm/min durchgeführt. Die Werte aus Tabelle 4-9 zeigen, dass die Unterschiede lediglich beim Standardraker mit den bisherigen Erkenntnissen übereinstimmen. So sind die Verhältnisse mit denen des Wandreibungskoeffizienten zu vergleichen. Beim Keilraker hingegen, ist kein Zusammenhang zwischen den charakteristischen Eigenschaften der Pulver und den wirkenden Kräfte zu finden.

Pulver	Standardraker	Keilraker
	Kraft [N]	Kraft [N]
Edelstahl	5,974	5,329
Molybdän	9,147	6,933
Wolfram	10,217	5,409

Tabelle 4-9: Kräfte in Abhängigkeit der Pulver bei 1.000 mm/min. Beim Standardraker ergeben sich ähnliche Verhältnisse, wie bei der Untersuchung des Wandreibungskoeffizienten. Die nicht vorhandene Auflagefläche beim Keilraker führt dazu, dass das Pulver keinen Einfluss besitzt.

Auffällig ist jedoch, dass sich die Werte gegenüber den systembedingten Kräften nur im geringem Maße erhöhen (vgl. Tabelle 4-8). Daraus ist zu schlussfolgern, dass die Kante des keilförmigen Rakels im Gegensatz zum Standardraker einen deutlich kleineren Widerstand gegenüber dem Pulver besitzt, sodass dieses leichter unter dem Raker

hinweggleiten kann. Bei der Auswertung der Homogenität wird sich später zeigen, dass dieser Aspekt bzgl. einer reduzierten Pulvermitnahme durchaus seine Vorteile besitzt.

Pulver	Gewicht [kPa]	Standardraket	Keilraket
		Kraft [N]	Kraft [N]
Edelstahl	3,35	9,777	8,831
	6,7	15,261	11,452
Molybdän	3,35	12,214	11,195
	6,7	16,029	14,434
Wolfram	3,35	18,118	11,890
	6,7	20,267	16,658

Tabelle 4-10: Kräfte in Abhängigkeit der Pulver und zusätzlichen Gewichte. Kräfte steigen auf Grund des höheren Widerstands infolge der zusätzlichen Gewichte an.

Im Folgenden wird die Abhängigkeit der wirkenden Kräfte von den ausgewählten zusätzlichen Gewichten geschildert. Für eine bessere Vergleichbarkeit mit den Untersuchungen in dieser Arbeit, sind diese in Tabelle 4-10 in der Einheit des Druckes angegeben. Wie zu erwarten war, verursacht der Einsatz zusätzlicher Gewichte auch höhere Kräfte. Interessanter ist deshalb der Kräfteverlauf während des Pulveraufzugs. In Abbildung 4-25 ist dieser am Beispiel der beiden Rakelformen, welche mit Edelstahlpulver gefüllt sind und mit 1.000 mm/min verfahren werden, für alle drei Gewichte dargestellt.

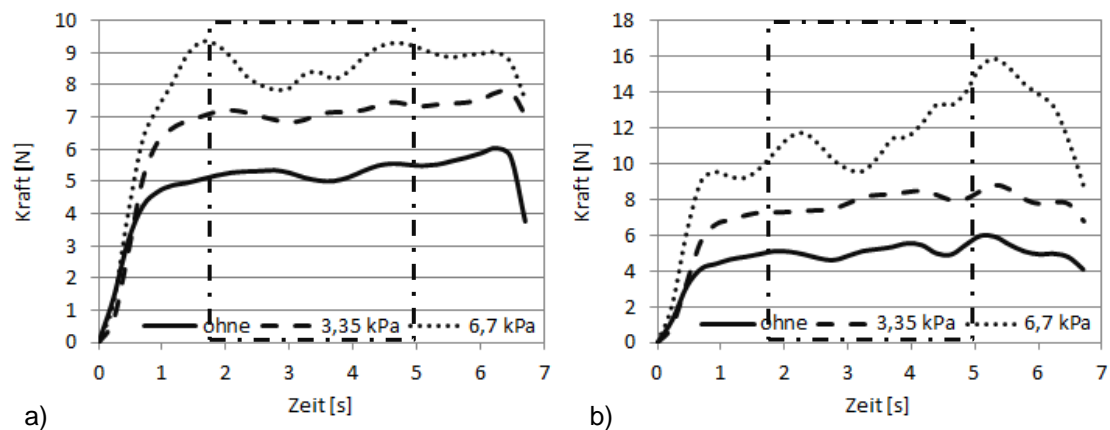


Abbildung 4-25: Vergleich der wirkenden Kräfte während des Pulveraufzugs von Edelstahl in Abhängigkeit verschiedener Drücke. Die Geschwindigkeit beträgt 1.000 mm/min. Abbildung a) zeigt die Kräfte für den Standardraket und b) für den Keilraket. Der markierte Bereich beschreibt die Position der Pulveraufnahme. Es ist zu erkennen, dass sich der Kräfteverlauf beim Einsatz des höchsten Gewichts von den anderen beiden unterscheidet. Die Ursache liegt in dem höheren Schwerpunkt, wodurch eine größere Neigung des Rakels resultiert. Infolge der Neigung kommt es zu einem inhomogenen Pulveraufzug.

Die Abbildung zeigt die bereits genannte Krafterhöhung infolge höherer Drücke. Dabei ist auffällig, dass die Kraftverläufe zwischen dem Versuch ohne zusätzliches Gewicht und dem mit einem Druck von 3,35 kPa sehr ähnlich sind. Der Kraftverlauf bei einem Druck von 6,7 kPa unterscheidet sich dagegen bei beiden Rakelvarianten, wobei dies beim Keilrakel noch deutlicher ausfällt. Die Ursache liegt vermutlich an den großen Abmaßen des Gewichts, was dazu führt, dass sich der Rakel stärker neigt. Unterstützt wird diese Aussage, durch den Kraftverlauf beim Keilrakel. Wird der Verlauf auf den Versuchsaufbau übertragen (Abbildung 3-14 und Markierung in Abbildung 4-25), so stellt das Maximum bei ca. 1,7 s die Fahrt über die vorderste Kante der Bauplattform dar. Auf Grund der Federkraft sinkt der Rakel etwas ein, sodass das Gewicht in Schräglage gerät und ein Moment in Bewegungsrichtung ausübt. Im weiteren Verlauf wird der Rakel entlang der runden Kante wieder aufgerichtet, sodass der vergleichsweise hohe Kraftanstieg zu messen ist. Beim Standardrakel ist dieser Effekt auf Grund der größeren Auflagefläche nicht so stark ausgeprägt. Während der Versuchsdurchführung konnte dies jedoch auch bei diesem festgestellt werden. So wurde bei einer zweiten Überfahrt das bereits aufgezugene Pulver zum Teil wieder abgetragen. Wie bereits bei der Untersuchung der Rauigkeiten, führte dies zu einer Ansammlung von Partikeln, welche im Anschluss linienförmigen Fehlern verursachten.

Anhand der Untersuchung in diesem Kapitel konnte festgestellt werden, dass die in der Praxis verwendeten üblichen Gewichte von 325 g die wirkenden Kräfte am Rakelarm erhöhen. Eine stärkere Neigung gegenüber dem unbelasteten Rakel ergab sich jedoch erst mit einem Gewicht von 650 g. Der bessere Pulveraufzug, der sich in der Praxis bereits bei einem Gewicht von 325 g ergibt, ist somit lediglich auf die zusätzlich Gewichtskraft bzw. deren Klopfwirkung zurückzuführen. Die Abhängigkeit der Homogenität von der Geschwindigkeit konnte nicht mit den Kräften in Zusammenhang gebracht werden. Beim Vergleich der Pulver hat sich gezeigt, dass die Ergebnisse zumindest beim Standardrakel mit den bisherigen Untersuchungen bzgl. der Fließeigenschaften übereinstimmen. Daraus ist zu schlussfolgern, dass die Verwendung der flächigen Bodengeometrie zumindest für die amorphen Pulver eher ungeeignet ist. Zum Schluss ist noch zu erwähnen, dass auf Grund der niedrigen Messfrequenz der DMS die Auswirkung der schrittweisen Bewegung des Rakels nicht erfasst werden konnte.

## 4.5 Untersuchung des Pulveraufzugs

Nach der Erläuterung der wirkenden Kräfte, erfolgt nun die Bewertung der aufgezugenen Pulverschichten mit Hilfe der Profilbilder und der ausgewählten Kenngrößen. Wie im Kapitel 3.6.3 beschrieben wurde, ist ein Pulveraufzug dann als homogen zu bewerten, wenn diese gegen Null tendieren. Während der Untersuchung der wirkenden Kräfte hatte sich gezeigt, dass sich der Rakel infolge der instabilen Lagerung neigt und einen erhöhten Pulververlust verursacht. Verstärkt wird dieser Vorgang durch die Verjüngung des Rakelarms. Die folgende Bewertung des Pulveraufzugs ist dadurch nicht mehr auf den tatsächlichen Prozess des Ringrakels anzuwenden. Eine Optimierung,

wie sie zu Beginn dieser Arbeit angedacht war, ist somit nicht möglich. Auf Grund der höheren Instabilität sollten sich jedoch deutlichere Unterschiede zwischen den einzelnen Parametern ergeben. Diese gestatten wiederum eine bessere Deutung der jeweiligen Abhängigkeiten.

Zum Einsatz kam zunächst die Pulveraufnahme mit einer Schichtdicke von 30  $\mu\text{m}$  und undefinierter Oberflächenstruktur. Als Erstes war die Pulverschicht für den Aufzug ohne den Einsatz zusätzlicher Gewichte zu bewerten. Am Laserinstitut kommt dies dann zur Anwendung, wenn Pulver mit einer Partikelgröße von über 7  $\mu\text{m}$  verarbeitet werden. Bei kleineren Partikeln ist das Füllen der Vertiefung auf Grund der wirkenden Kohäsion in der Regel nicht möglich. Dieser Effekt konnte bei der Untersuchung nur zum Teil bestätigt werden. So war beim Einsatz von Wolfram- und Molybdänpulver, wie erwartet, kein Pulveraufzug zu realisieren. Doch auch das Edelstahlpulver, welches eine mittlere Partikelgröße von 7,4  $\mu\text{m}$  besitzt, ließ sich nicht aufziehen. Eine Erklärung dafür bietet die Fließfähigkeit, welche bei sehr kleinem Druck kaum Unterschiede zwischen den Pulvern aufweist. Da es nicht möglich war, einen Pulveraufzug zu realisieren, wurde auf die Bewertung der Homogenität verzichtet. Die nachfolgenden Bewertungen beziehen sich somit allesamt auf den Einsatz zusätzlicher Gewichte.

Schon der Einsatz des kleinsten Zusatzgewichts führte beim Edelstahlpulver zu einem spürbar besseren Ausflussverhalten (Abbildung 4-26 a). Wie im vorherigen Kapitel erwähnt, ist dies neben der besseren Fließfähigkeit auf die wirkenden Schwingungen zurückzuführen. Dadurch können die Haftkräfte auf Grund der Partikelbewegungen leichter überwunden werden.

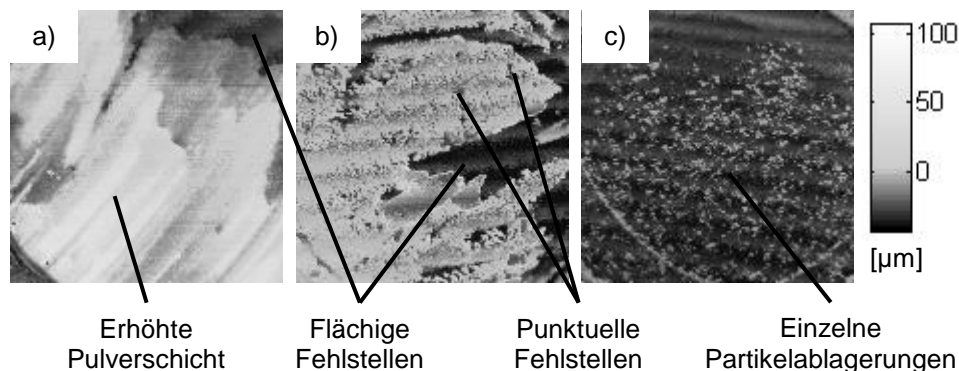


Abbildung 4-26: Vergleich des Pulveraufzugs mittels Keilraket in Abhängigkeit der verschiedenen Pulver bei einer Geschwindigkeit von 1.000 mm/min, einem Druck von 3,35 kPa und einer einfachen Überfahrt. Edelstahl (a) besitzt gegenüber Molybdän (b) und Wolfram (c) das beste Ausflussverhalten. Bei Molybdän und Wolfram entspricht die Homogenität nicht den Anforderungen. Der Einsatz dieser Pulver in Kombination mit dem Ringraket ist nicht zu empfehlen.

Während der Untersuchung war jedoch ein Widerspruch bzgl. der ähnlichen Fließfähigkeiten zu beobachten. Wie den Profilbildern zu entnehmen ist, ergab sich bei Molybdän (b) zwar ein größerer flächiger Aufzug, doch wies dieser viele Fehlstellen auf. Bei Wolfram (c) hingegen, waren lediglich einzelne Partikelablagerungen festzustellen. Beim Einsatz höherer Geschwindigkeiten und Drücke sowie mehrerer Überfahrten

blieb dieses Verhalten weitestgehend unverändert. Zurückzuführen ist dies auf die Reibung zwischen den Partikeln. So spiegelt das Ausflussverhalten den Verlauf des effektiven Reibungswinkels wieder. Anhand der Werte von Wolfram, sollte eine Verbesserung dessen Pulveraufzugs somit ab einem Druck von 20 kPa erzielt werden. Um dies zu erreichen, bedarf es einer Masse von ca. zwei Kilogramm, was bei den gegebenen Abmaßen des Ringrakels und die damit verbundene starke Neigung nicht ohne Weiteres umzusetzen ist. Der Einsatz von Wolfram- und Molybdänpulver ist somit in Kombination mit dem Ringrakel nicht zu empfehlen. Aus diesem Grund werden die weiteren Abhängigkeiten des Pulveraufzugs am Edelstahlpulver erläutert.

Im Kapitel 4.4 wurde festgestellt, dass die Neigung des Rakels zu einem Abtrag bereits aufgezogener Schichten führt. Bei der Untersuchung der Abhängigkeit des Pulveraufzugs von der Anzahl der Überfahrten konnte dieser Effekt bestätigt werden. So wird die nach der ersten Überfahrt aufgezugene Pulverschicht (Abbildung 4-27 a) infolge der Neigung teilweise abgetragen (b). Neben dem Abtrag waren weitere Effekte zu beobachten.

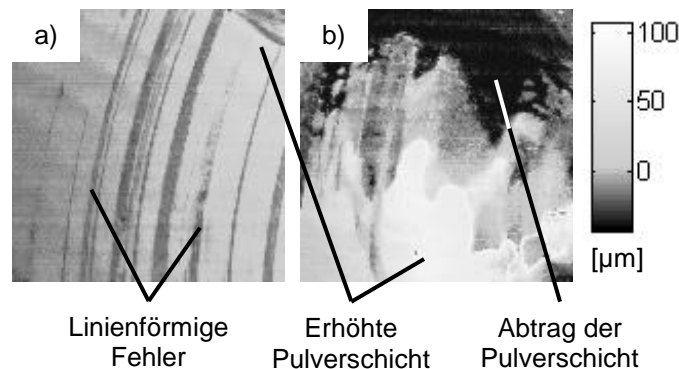


Abbildung 4-27: Vergleich des Pulveraufzugs von Edelstahl mittels Standardrakel in Abhängigkeit von der Anzahl der Überfahrten bei einer Geschwindigkeit von 1.000 mm/min und einem Druck von 3,35 kPa. Die zweite Überfahrt (b) führt zu einem teilweisen Abtrag der bereits aufgezogenen Pulverschicht (a). Weiterhin wird ein aufschwimmen des Rakels gefördert. Daraus resultieren schließlich höhere Pulverschichten. Die zweite Überfahrt und die kleine Auflagefläche des Keilrakels verstärken diesen Effekt. Eine signifikante Verbesserung des Pulveraufzugs konnte somit nicht erzielt werden.

Zum einen trat nach der ersten Überfahrt eine hohe Anzahl linienförmiger Fehler auf (a). Dies ist ebenfalls auf die Neigung des Rakels zurückzuführen. So können die vorhandenen Agglomerate auf Grund der kleineren Auflagefläche des Rakels nicht mehr vollständig zerstört werden. Zum anderen ist zu erkennen, dass das Pulver jeweils in Bewegungsrichtung angehäuft wird. Daraus resultiert meist eine erhöhte Pulverschicht (siehe Abbildung). Der Grund dafür liegt ebenfalls in der instabilen Lagerung, welche dazu führt, dass der Rakel zunehmend auf dem Pulver aufschwimmt. Dies ist bei der zweiten Überfahrt noch deutlicher ausgeprägt, da das bereits aufgezugene Pulver diesen Effekt verstärkt. Weiterhin bestätigte sich die Erkenntnis, dass der Keilrakel auf Grund der kleineren Auflagefläche stärker betroffen ist.

Im Kapitel 4.2 wurde festgestellt, dass die Geschwindigkeit die wirkende Reibkraft zum Teil beeinflusst. So stieg die Reibkraft infolge einer Geschwindigkeitserhöhung von ca. 25 % um ca. 10 %. Bei einer weiteren Erhöhung um ca. 25 % betrug die Differenz nur noch knapp 2 %. Daraus ist zu schlussfolgern, dass mit zunehmender Rakelgeschwindigkeit die Partikel stärker am Rakel haften bleiben. Infolge der Mitnahme weiterer Partikel besteht somit eine höhere Wahrscheinlichkeit auf einen inhomogenen Pulveraufzug. Bei den Versuchen konnte dies jedoch nicht beobachtet werden. Mit Hilfe der Abbildung 4-28 ist dieses widersprüchliche Ergebnis gut nachzuvollziehen.

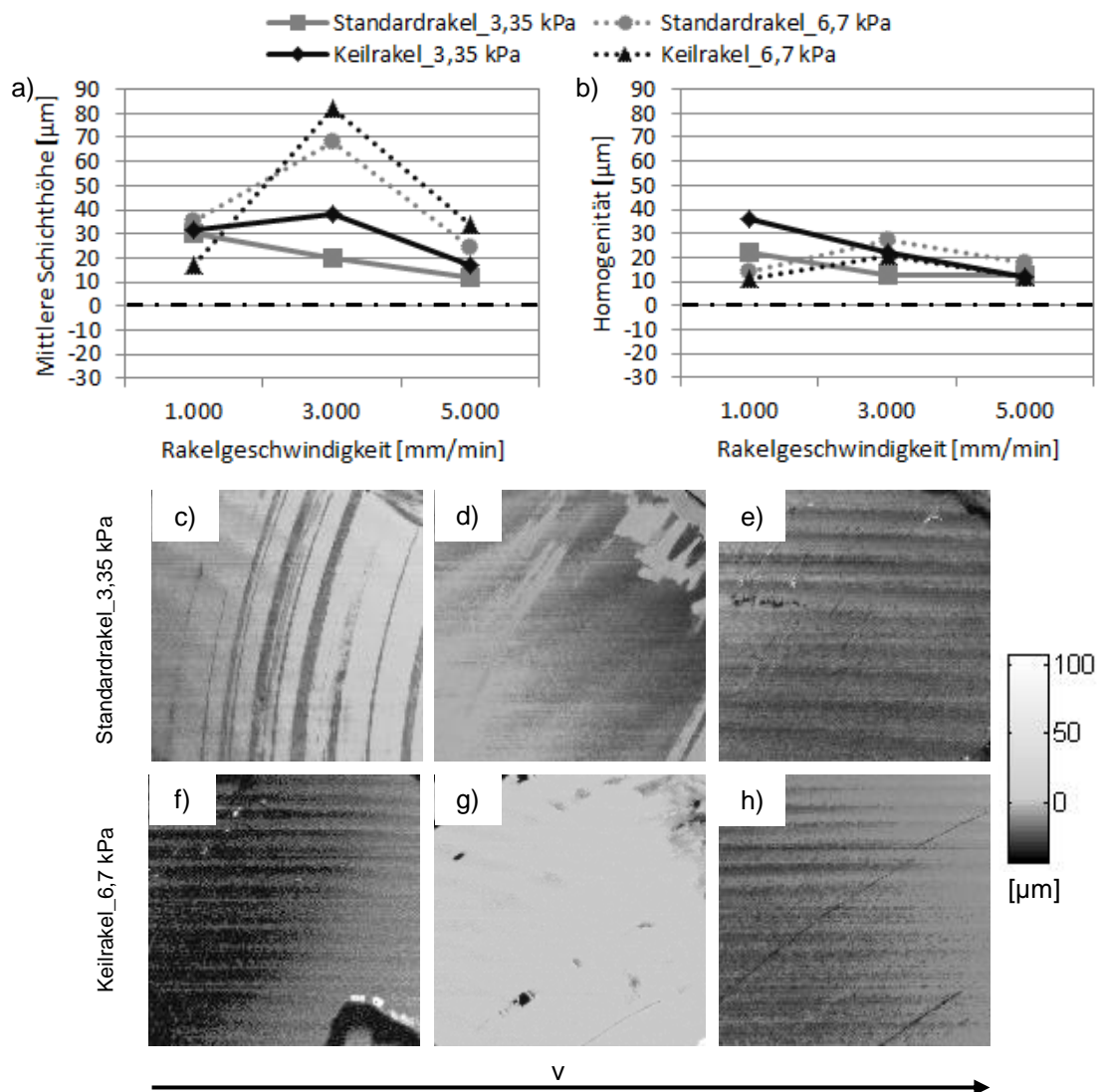


Abbildung 4-28: Vergleich des Pulveraufzugs von Edelstahl in Abhängigkeit von der Rakelgeschwindigkeit und vom Druck. Die Diagramme geben die mittlere Schichthöhe (a) und die Homogenität (b) wieder. Die schwarze gestrichelte Linie beschreibt den Sollwert. Infolge der Verjüngung des Rakelarms konnte dieser nicht erreicht werden. Der Einfluss der Reibkraft wurde nicht bestätigt. Analog zu den wirkenden Kräften ist bei 3.000 mm/min die schlechteste Pulverschicht zu verzeichnen. Ein unterschiedliches Aufzugsverhalten zwischen den Rakelformen ergibt sich lediglich bei niedrigem Druck und kleiner Geschwindigkeit. Anhand der Profilbilder (c) bis (h) werden die Abhängigkeiten beschrieben.

Die Profilbilder (c), (d) und (e) zeigen den Pulveraufzug mittels Standardrakel bei einer Belastung des Pulvers mit 3,35 kPa und steigender Geschwindigkeit. Bei der kleinsten Geschwindigkeit ist eine vergleichsweise große Anzahl an linienförmigen Fehlern zu erkennen. Entgegen der Annahme, dass sich die Homogenität mit zunehmender Geschwindigkeit verschlechtert, haben sich die Fehlstellen fast vollständig reduziert. Eine verstärkte Pulvermitnahme auf Grund höherer Reibkräfte ist somit auszuschließen. Es ist eher zu vermuten, dass die Partikel, infolge der höheren Geschwindigkeit, nur kleine Haftkräfte aufbauen. Die daraus resultierende verminderte Agglomeratbildung führt schließlich zur Reduzierung von linienförmigen Fehlern.

Beim Vergleich der einzelnen Kennwerte kann dagegen eine Erkenntnis aus Kapitel 4.4 zum Teil bestätigt werden. So wirkten bei einer Geschwindigkeit von 3.000 mm/min die höchsten Kräfte. Die daraus resultierende stärkere Neigung bzw. Schwingung des Rakels begünstigt zwar das Ausflussverhalten, doch sollte dies ebenfalls zu höheren Pulverschichten und vermehrt auftretenden Fehlstellen führen. Wie (a) und (b) zu entnehmen ist, trifft diese Aussage zumindest beim Einsatz der größten Masse zu. Bei der kleineren Masse können die Unterschiede zwischen den Kennwerten, unter Berücksichtigung der Partikelgröße und der Ungenauigkeit des Messsystems, nicht bewertet werden. Es ist jedoch zu erwähnen, dass sich die Kennwerte bei 1.000 mm/min und 5.000 mm/min teilweise decken.

Die Profilbilder (f), (g) und (h) enthalten den Pulveraufzug des Keilrakels bei einer Belastung des Pulvers mit 6,7 kPa und steigender Geschwindigkeit. Beim Einsatz der kleineren Masse sowie bei kleiner Geschwindigkeit konnte die Aussage aus [25] bestätigt werden, dass der Pulveraufzug mittels Keilrakel nur bedingt zu realisieren ist. So ergab sich eine sehr breit gestreute Verteilung der Pulverschicht (siehe Abbildung 4-29). Anhand der Profilbilder und der Häufigkeitsverteilung ist jedoch zu erkennen, dass dies bei höherem Druck nicht ohne weiteres zu verallgemeinern ist. Eine Ursache dafür könnte in dem ermittelten Einfluss der Scherzonen liegen (siehe Kapitel 4.3.3). Diese verringert sich mit zunehmendem Druck und verbessert dadurch das Abscheren des Pulvers.

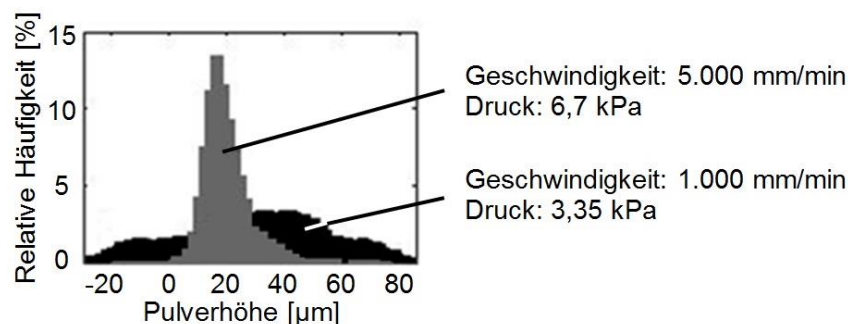


Abbildung 4-29 Vergleich des Pulveraufzugs beim Keilrakel mit Hilfe der relativen Häufigkeit bzgl. der gemessenen Pulverhöhe. Die Klassenbreite beträgt 10 µm. Bei hohem Druck und hoher Geschwindigkeit ist eine Verbesserung des Pulveraufzugs zu realisieren.

Wie im Kapitel 3.6.4 beschrieben, war neben den Prozessparametern ebenfalls die Abhängigkeit von der Tiefe der Pulveraufnahme zu bestimmen. Dadurch sollte es möglich sein, den Einfluss des Fließverhaltens der Pulver und der wirkenden Haft- und Reibkräfte besser beurteilen zu können. Für die Untersuchung wurden die Prozessparameter verwendet, die bei den bisherigen Versuchen die besten Ergebnisse lieferten. Zunächst wurde die Pulveraufnahme mit einer flachen linearen Struktur eingesetzt. Dabei konnte trotz hohem Druck und hoher Geschwindigkeit kein Pulveraufzug realisiert werden. Selbst punktuelle Pulverablagerungen, ähnlich dem Pulveraufzug von Wolfram in den ersten Untersuchungen, waren auch beim Einsatz hoher Drücke und Geschwindigkeiten nicht vorzufinden. Es konnte somit gezeigt werden, dass eine glatte Oberfläche den Pulveraufzug negativ beeinflusst. Durch den Einsatz der Pulveraufnahme mit gepunkteter Strukturierung konnte wiederum ein Pulveraufzug erzielt werden. Signifikante Unterschiede zu den bisherigen Versuchen waren jedoch nicht zu beobachten. Daraus ist zu schließen, dass die Homogenität nicht direkt vom Pulverausfluss abhängt. Entscheidender ist die Bodengeometrie des Rakels, dessen Neigung sowie die Oberflächenstruktur der Bauplattform. Weiterhin konnte die Erkenntnis bestätigt werden, dass der Einsatz von Gewichten in Kombination mit hohen Geschwindigkeiten den Pulverausfluss verbessert.



## 5 Zusammenfassung und Ausblick

### 5.1 Zusammenfassung

Im ersten Teil der Arbeit wurden die Abhängigkeiten der Pulver bzgl. unterschiedlicher äußerer Beanspruchungen untersucht. Dabei hat sich ergeben, dass eine kleine Partikelgröße, amorphe Form und kleine Streubreite auf Grund der höheren Haft- und Reibkräfte zu niedrigen relativen Dichten führt. Anhand der ermittelten Reibungskoeffizienten konnte gezeigt werden, dass durch den Klopfvorgang ähnliche Dichteänderungen resultieren. Die Beanspruchung der Pulver mit verschiedenen Drücken ergab, dass die Art der Befüllung spätestens ab einem Druck von 246 kPa keinen Einfluss mehr besitzt. Weiterhin führt der degressive Dichteverlauf bei Drücken oberhalb von 246 kPa zu keiner signifikanten Dichteerhöhung. Die Ermittlung der einaxialen Verdichtbarkeit und des Kompressibilitätsfaktors hat gezeigt, dass der Widerstand gegen das Fließen bei Edelpulver stärker als bei Wolframpulver steigt. Bei der Untersuchung der Rückfederung hat sich ergeben, dass diese umso höher ist, desto niedriger die Streckgrenze des eingesetzten Pulvers ist. Zudem konnte festgestellt werden, dass die absolute Rückfederung nicht vom Füllvolumen abhängig ist. Zum Schluss der Druckversuche hat sich gezeigt, dass die Kompressibilität zumindest bei Geschwindigkeiten bis 50 mm/min unabhängig ist.

Bei der Untersuchung der Reibkräfte hat sich herausgestellt, dass die in den Anlagen häufig verwendeten Keramikoberflächen die größten Reibungskoeffizienten besitzen. Ein direkter Zusammenhang mit der Rautiefe konnte nicht gefunden werden. So ergaben sich die kleinsten Reibungskoeffizienten bei hohen Rautiefen und kleinen Talbreiten. Weiterhin war zu beobachten, dass eine Anhäufung von Partikeln, welche vor dem Rakel hergetrieben bzw. vom Rakel mitgezogen werden, zu linienförmigen Fehlern führen. Die Ursache für großflächige Fehlstellen konnte auf die unterschiedliche Ausprägung der Kohäsions- und Adhäsionskräfte zurückgeführt werden.

In Zusammenarbeit mit der Firma Shear Test wurden Untersuchungen bzgl. der Fließeigenschaften durchgeführt. Es konnte bestätigt werden, dass sich der Widerstand gegen ein Fließen mit zunehmendem Druck degressiv erhöht. Zudem konnte ein Einfluss der Scherzone erkannt werden. Diese verringert sich infolge dichter Packungszustände, was jedoch in einem besseren Fließverhalten resultiert. Signifikante Unterschiede zwischen den einzelnen Pulvern konnten zumindest bei den kleinen Drücken, wie sie beim Ringrakel vorkommen, nicht ermittelt werden. Erst ab einem Druck von ca. 10 kPa war der größere Einfluss der Haft- und Reibkräfte auf Grund der kleineren Partikelgröße zu erkennen. Bei der Ermittlung der Kohäsion und der Reibungswinkel konnte mit dem Einfluss der Dilatanz eine Erklärung für das unterschiedliche Rakelverhalten der Pulver gefunden werden. Die Ermittlung der Fließfähigkeit bot auf Grund der

sehr groben Bewertungsgrenzen keine Möglichkeit die Pulver bzgl. ihres Aufzugsverhaltens zu beurteilen. Es konnte lediglich beobachtet werden, dass die Pulver bei einem Druck zwischen 10 und 15 kPa die beste Fließfähigkeit besitzen, wobei sie jedoch weiterhin als sehr kohäsiv bzw. schlecht fließend zu bewerten sind.

Anhand der Untersuchungen am Ringraker konnte festgestellt werden, dass die Bodengeometrie des Rakels, dessen Neigung infolge einer instabilen Lagerung sowie die Oberflächenstruktur der Bauplattform einen hohen Einfluss auf die Homogenität des Pulveraufzugs besitzen. So verursacht eine starke Neigung beispielsweise den Abtrag von vorhandenen Pulverschichten. Im Gegenzug ist sie jedoch ebenfalls das Aufschwimmen bzgl. des frisch aufgezogenen Pulvers verantwortlich. Verstärkt wird dies durch die kleinere Auflagefläche des keilförmigen Rakels. Weiterhin konnte bestätigt werden, dass glatte Oberflächen keinen Pulveraufzug ermöglichen. Bei der Untersuchung der Geschwindigkeit hat sich herausgestellt, dass sich die größte Kraft und somit die stärkste Neigung bei 3.000 mm/min ergibt. Verstärkt wurde dies durch die Verwendung von Gewichten, welche einen zusätzlichen Druck auf das Pulver ausüben. Die Kombination zwischen der höchsten Geschwindigkeit und dem höchsten Druck erzielte schließlich das beste Ergebnis.

Weiterhin konnten die typischen Unterschiede bzgl. der Fließeigenschaften bestätigt werden. Beim Standardraker wirkten beispielsweise beim Einsatz des Wolframpulvers die niedrigsten und beim Edelpulver die höchsten Kräfte. Die Haftkräfte der Pulver waren dabei so hoch, dass beim Pulveraufzug ohne zusätzliche Gewichte nahezu keine Partikel in die Vertiefung geflossen sind. Bei Wolfram- und Molybdänpulver konnte zudem auch mit zusätzlichen Gewichten kein vollständiger Pulveraufzug realisiert werden. Beim Keilraker waren wiederum keine signifikanten Kräfteunterschiede zwischen den Pulvern zu erkennen, was auf die schmalere Auflagefläche zurückzuführen ist. Auf das Aufzugsverhalten hat dies jedoch keinen Einfluss genommen. Im Gegensatz zur eckigen Bodengeometrie des Standardrakels konnte jedoch eine Reduzierung der Partikelanhäufungen vor dem Raker beobachtet werden.

Auf Grund der notwendigen Bearbeitung des Rakels können die ermittelten Erkenntnisse bzgl. der Untersuchungen am Ringraker nicht ohne weitere Untersuchungen angewandt werden. Demzufolge konnte die Optimierung, wie sie zu Beginn dieser Arbeit angedacht war, nicht erzielt werden.

## 5.2 Ausblick

Während der Untersuchungen in dieser Arbeit hat sich gezeigt, dass die Haft- und Reibkräfte einen maßgeblichen Einfluss auf das Verhalten der Pulver besitzen. Dieser ist umso größer, je kleiner die verwendeten Partikel sind. Da in Zukunft neben Mikropulver auch Nanopulver verarbeitet werden sollen, ist es zwingend notwendig, diesen Einfluss zu reduzieren oder mit Hilfe geeigneter Mechanismen zu nutzen. Beim Hubraketel können beispielsweise die Kraftlinien ausgenutzt werden, welche sich auf Grund der einaxialen Verdichtung zu Beginn des Prozesses ausbilden [11]. Durch die dabei entstehende kleinere Druckfestigkeit in horizontaler Richtung, wird die anschließende Pulvermitnahme durch den Rakel gefördert. Problematisch bleibt jedoch die Anhaftung der Partikel an der Unterseite des Rakels. Wie sich bei der Untersuchung des Einflusses der Oberflächenstruktur gezeigt hat, entstehen dadurch linienförmige bis flächige Fehlstellen. Es ist somit unbedingt notwendig, weitere Untersuchungen bzgl. der Reduzierung der Haft- und Reibkräfte durchzuführen. Einige Möglichkeiten sollen im Folgenden genannt werden:

- Fertigung definierter Oberflächenstrukturen an der Rakelunterseite. Die Rautiefe sollte mindestens die Größenordnung des verwendeten Pulvers besitzen, um einen möglichst großen Abstand zwischen Partikel und Rakel zu erhalten. Damit ein Hängenbleiben von Partikeln verhindert werden kann, muss der Talabstand um ein vielfaches kleiner als der kleinste Partikeldurchmesser sein. Nachteil: Sehr hoher Fertigungsaufwand.
- Die hohen Drücke der neuen Rakelsysteme führen dazu, dass die Partikel stärker deformiert werden. Infolge der größeren Fläche ergeben sich höhere Haftkräfte. Beim Einsatz von weichen Materialien, beispielsweise Kunststoff, kann dies verhindert werden. Nachteil: Stärkerer Verschleiß.
- Laut *Tomas* [11] werden, bei sehr schlecht fließenden Pulvern, spezielle Schmierungen zur Adhäsionsreduzierung eingesetzt. Dies könnte beim Ringraketel den ermittelten schlechten Pulverausfluss optimieren. Nachteil: Verunreinigung des Pulvers.
- Den vielversprechendsten Ansatz bietet der Einsatz nanoskaliger Fließhilfsmittel [22]. Deren positiver Effekt beruht darauf, dass die sehr kleinen Partikel als Abstandshalter dienen. Daraus ergibt sich schließlich eine Reduzierung der Kohäsion und Adhäsion. Bei einem ersten Versuch konnte dies bestätigt werden. Durch die Verwendung artengleicher Materialien ist zudem eine Verunreinigung des Pulvers auszuschließen. Nachteil: Hohe Anschaffungskosten und hoher Vorbereitungsaufwand (mischen).

- Neben der Verwendung artengleicher Fließhilfsmittel besteht die Möglichkeit, spezielle Tenside zu verwenden. Diese besitzen den Vorteil, dass deren Eigenschaften besser an die vorhandenen Bedingungen angepasst werden können. So ist es möglich, den Einfluss der Luftfeuchtigkeit mit Hilfe von hydrophoben Fließhilfsmitteln weitestgehend zu reduzieren [22]. Nachteil: Hohe Anschaffungskosten, hoher Vorbereitungsaufwand und Verunreinigung des Pulvers.

Der Vergleich der unterschiedlichen Rakelformen hat gezeigt, dass eine schräge Kante die Bildung von Agglomeraten im Bereich der Pulvermitnahme reduziert. Aus diesem Grund sollte mit Hilfe von Untersuchungen bzgl. verschiedener Kantenformen eine Verbesserung des Pulveraufzugs erzielt werden.

Um die Funktionsfähigkeit des Dom - Verdichters zu überprüfen, wurde ein erster Versuchsaufbau angefertigt (siehe Abbildung 5-1). Neben verschiedenen großen Öffnungen sollte der Einfluss des Winkels der Schräge untersucht werden. Es hat sich herausgestellt, dass ein Fließen des Pulvers trotz sehr kleiner Öffnungsweiten gewährleistet ist. Die hohen Drücke verursachten jedoch erhebliche Deformationen, die eine tiefergehende Untersuchung verhinderten. Es ist somit zu untersuchen, welche Drücke während der Verdichtung wirken. Anhand dieser Erkenntnisse ist ein Versuchsaufbau zu konstruieren, der einem dauerhaften Betrieb standhält.

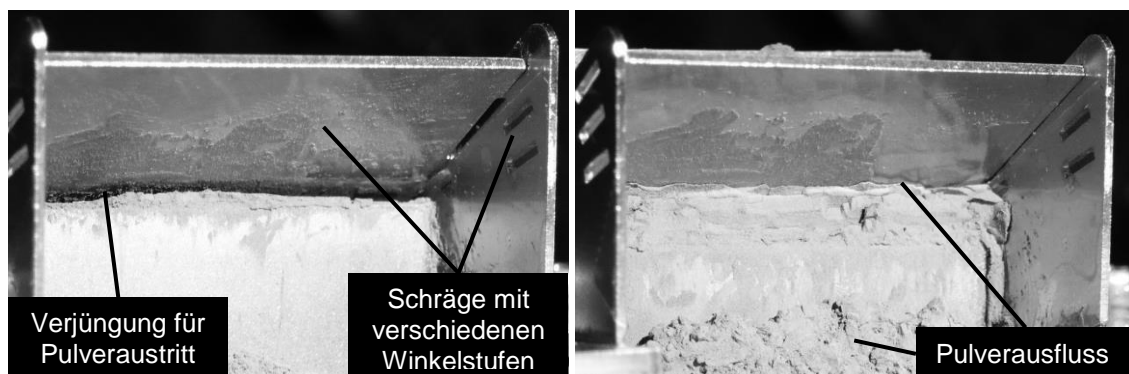


Abbildung 5-1: Funktionstest des Dom - Verdichters. Ein Fließen des Pulvers ist gewährleistet. Infolge der hohen Drücke wurde der Versuchsaufbau jedoch beschädigt. Mittels einer steiferen Konstruktion muss der Funktionstest wiederholt werden.

Eine weitere Möglichkeit zur Verbesserung des Pulveraufzugs besteht in dessen Simulation. Dazu bieten sich verschiedene Varianten an, welche je nach Aufgabenstellung zu wählen sind [31]. So kommt bei sehr großen Pulvermengen die finite Elemente Methode (FEM) zum Einsatz. Diese greift auf ein kontinuumsmechanisches Modell zurück, bei dem das Pulver als zusammenhängendes Objekt betrachtet wird. Dadurch ist es möglich, die Kräfte und Spannungen aus makroskopischer Sicht zu berechnen. Verwendung findet die FEM beispielsweise bei der Auslegung von Silos [32] oder bei der Ermittlung notwendiger Kräfte bzgl. der Homogenisierung von Presskörpern [33]. Für die mikroskopische Betrachtung, welche die Wechselwirkungen einzelner Partikel

berücksichtigt, wird hingegen die diskrete Elemente Methode (DEM) eingesetzt [11, 31, 34]. Die Genauigkeit dieser Methode liegt darin, dass vor einem Simulationsschritt für jedes einzelne bzw. diskrete Element die Newtonschen Bewegungsgleichungen gelöst werden (siehe Abbildung 5-2 a). Dabei spielt das eingesetzte Kontaktmodell (Abbildung 5-2 b) eine entscheidende Rolle. Im Gegensatz zur FEM, bei der die Wechselbeziehungen auf die Reibung und Kohäsion beschränkt sind, werden bei der DEM zusätzlich die Partikelgröße und Form, sowie der Einfluss der Luftfeuchtigkeit berücksichtigt. Ein weiterer Vorteil liegt darin, dass die wirkenden Haft- und Reibkräfte selbst simuliert werden, sodass auf aufwendige Voruntersuchungen verzichtet werden kann.

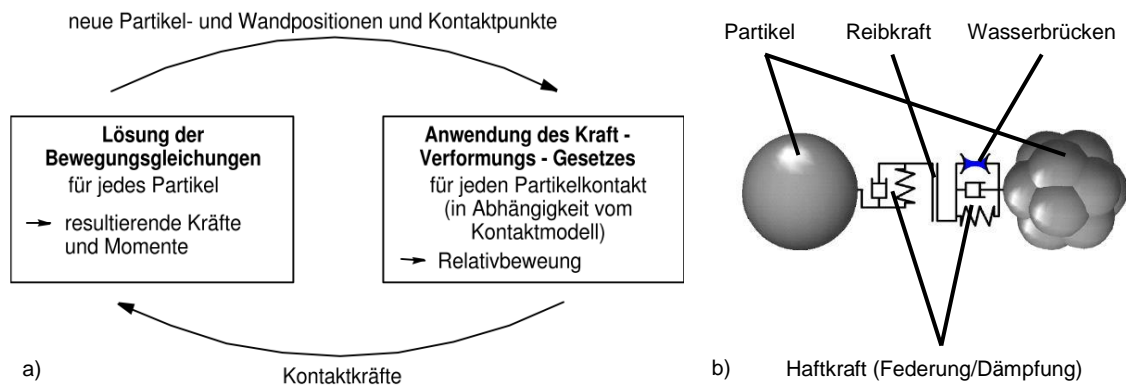


Abbildung 5-2: Simulation mit Hilfe der diskreten Elemente Methode. Dargestellt, sind a) der Berechnungszyklus sowie b) das eingesetzte Kontaktmodell [34]

Mit Hilfe der DEM - Simulation sollte es schließlich möglich sein, das Aufzugsverhalten der Pulver anhand des vorhandenen Rakelsystems besser zu verstehen und falls möglich zu optimieren. Im Bezug zu den neuen Rakelsystemen kann zudem eine Vorbeurteilung durchgeführt werden, sodass ein kostenintensiver Versuchsaufbau entfällt. Der Nachteil liegt in der Beschaffung der Simulationssoftware.

## Literatur

- [1] G. Flores: *Pulvermetallurgie*. Vorlesungsskript, Hochschule Esslingen, Esslingen, 09/012
- [2] M. Schilling, T. Schilling: *Der Prototypenbau zwischen Entwicklung und Produktion*. Präsentation der Firma 3D - Schilling, Sondershausen/Oberspier, 2010
- [3] R. Ebert, P. Regenfuß et al.: *microSintering – ein neues Verfahren der Mikrobearbeitung*. Abschlussbericht des vom BMBF geförderten Verbundprojektes „Vakuum SLS“, Mittweida, 2012
- [4] J. Taubenheim: *Konstruktion einer Rakelvorrichtung zum richtungsunabhängigen Auftrag dünner Schichten feiner Pulver für das selektive Lasermikrosintern*. Diplomarbeit, Hochschule Mittweida, 2007
- [5] D. Meier: *Sand-Physik*. Ein Kleiner Exkurs in die physikalischen Phänomene bewegter Sandmassen, Online: <http://www.sand-abc.de/sandphysik/sandphysik1.htm>, Stand: 22.09.2012
- [6] M. Bloß: *Messung physikalischer Eigenschaften von Schüttgütern (Kurzfassung)*. Online: <http://www.shear-test.de/de/lit-grundlagen.php>, Stand: 11.10.2012
- [7] L. Gerking: *Nanoval-Verfahren zur Herstellung von Metallpulvern (Kurzfassung)*. Online: [http://www.nanoval.de/verfahren\\_de.htm](http://www.nanoval.de/verfahren_de.htm), Stand 15:10.2012
- [8] F. Klocke: *Urformen – Pulvermetallurgie*. Vorlesungsskript, RWTH Aachen, 2012
- [9] W. Schatt, K.-P. Wieters, B. Kieback: *Pulvermetallurgie*. 2. Auflage, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2007
- [10] Norm: *DIN ISO 9276 Teil 1-6 – Darstellung der Ergebnisse von Partikelgrößenanalysen*. September 2004
- [11] D. Schulze: *Pulver und Schüttgüter*. 1. Auflage, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2006
- [12] H. Rumpf: *Mechanische Verfahrenstechnik*. Carl Hanser Verlag, München und Wien, 1975
- [13] H. Schubert, F. Liepe, K. Schönert: *Handbuch der mechanischen Verfahrenstechnik*. Band 1, Wiley-VCH Verlag, Weinheim, 2003
- [14] M. Stieß: *Mechanische Verfahrenstechnik – Partikeltechnologie 1*. 3. Auflage, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2009

- [15] H. A. Rump: *Untersuchung und Beschreibung physikalischer Mechanismen von Adhäsion in mikromechanischen Inertialsensoren*. Dissertation, Martin-Luther-Universität Halle, 2001
- [16] A. Jenike: *Storage and Flow of Solids*. Bull. No. 123, University Utah, Salt Lake City, 1964
- [17] J. Tomas: *Zur Produktgestaltung kohäsiver Pulver – Mechanische Eigenschaften, Kompressions- und Fließverhalten*. Chemie Ingenieur Technik Nr. 75, S. 651-661, 2003
- [18] T. Kollmann: *Schwingungsinduziertes Fließen feinstkörniger, kohäsiver Schüttgüter*. Dissertation, Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, 2002
- [19] E. Nürnberg, P. Surmann: *Hagers Handbuch der pharmazeutischen Praxis*. Band 2, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1991
- [20] J. Tomas: *Zur Mechanik trockener kohäsiver Schüttgüter*. Erweiterte Übersicht zu [17], Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, 2003
- [21] L. Grossmann, J. Tomas: *Fließ- und Kompressionseigenschaften von kohäsiven Schüttgütern*. Schüttgut Vol. 12 Nr. 4, 2006
- [22] J. Tomas, S. Kleinschmidt: *Verbesserung der Fließfähigkeit feiner kohäsiver Pulver durch nanoskalige Fließhilfsmittel*. Chemie Ingenieur Technik, 81, No. 6, S. 717-733, 2009
- [23] W. A. Ritschel, A. Bauer-Brandl: *Die Tablette. Handbuch der Entwicklung, Herstellung und Qualitätssicherung*. Editio Cantor, 2002
- [24] R. Grulke: *Untersuchungen zur Herstellung nichtquellender Matrix-Retardgranulate durch Walzenkompaktierung*. Dissertation, Halle (Saale), 2004
- [25] A. Streek: *Instrumentelle Umsetzung, Programmierung, Implementierung und Einsatz eines neuartigen Anlagenkonzeptes zum Lasermikrosintern*. Diplomarbeit, Mittweida, 2004
- [26] K. Hoffmann: *Eine Einführung in die Technik des Messens mit Dehnungsmessstreifen*. www.hbm.com, Stand: 2012
- [27] T. Baumberger et al: *Crossover from creep to inertial motion in friction dynamics*. Nature 367, 544 – 546, 1994
- [28] R. Ebert, et al: *Rapid Microtooling mit laserbasierten Verfahren*. Abschlussbericht, Laserinstitut der Hochschule Mittweida, 2011
- [29] Particle Metrix GmbH: *Microtrac S3500 Bluewave*. Produktbeschreibung, Stand: 2012

- [30] ASTM D 6682 – 08: *Standard Test Method for Measuring the Shear Stresses of Powders Using the Peschl Rotational Split Level Shear Tester*. Online: <http://www.astm.org/Standards/D6682.htm>. Stand 2012
- [31] R. Tykhoniuk et al: *Simulation der Scherdynamik kohäsiver Pulver*. GVC Fachausschuss „Agglomerations- und Schüttguttechnik“, Otto-von-Guericke Universität Magdeburg, 2003
- [32] U. Häußler: *Geschwindigkeits- und Spannungsfelder beim Entleeren von Silozellen*. Dissertation Universität Karlsruhe, 1984
- [33] B.-A. Behrens, et al: *Numerische Untersuchungen zum schwingungsüberlagerten Pressen von Aluminiumpulver*. Leibnitz Universität Hannover, Garbsen, 2010
- [34] A. Katterfeld: *Einsatz der diskreten Elemente Methode in der Schüttgut - Fördertechnik*. Forschungsbericht, Universität Magdeburg, 2006



# Anlagen

## A-1 Materialdaten

Eigenschaften	Wolfram	Molybdän	Edelstahl
Bezeichnung	L19644 WP-0,7	APS 3-7, 99,95 %	1.4404
Partikelgröße [ $\mu\text{m}$ ]	$d_{50} = 1$	3 bis 7	$d_{50} = 7,4$
Feststoffdichte [ $\text{g/cm}^3$ ]	19,3	10,22	7,98
Schmelztemperatur [ $^{\circ}\text{C}$ ]	3.140	2.620	1.500
Siedetemperatur [ $^{\circ}\text{C}$ ]	5.900	4.600	2.700
Wärmeleitfähigkeit [ $\text{W/mK}$ ]	129,8	159,1	15
Wärmekapazität [ $\text{J/kgK}$ ]	142,4	259,6	500
E-Modul [ $\text{MPa}$ ]	410.000	320.000	210.000
Streckgrenze [ $\text{MPa}$ ]	550	415	200
Zugfestigkeit [ $\text{MPa}$ ]	600	500	500
Vickershärte [HV]	360	200	215

Tabelle A-1: Datensammlung der verwendeten Pulver

Eigenschaften	Kunststoff	Keramik	Edelstahl
Bezeichnung	POM	$\text{Al}_2\text{O}_3$	1.4301
Feststoffdichte [ $\text{g/cm}^3$ ]	1,41	4	7,9
Schmelztemperatur [ $^{\circ}\text{C}$ ]	168	2.000	1.500
Siedetemperatur [ $^{\circ}\text{C}$ ]	-	3.000	2.700
Wärmeleitfähigkeit [ $\text{W/mK}$ ]	-	20	15
Wärmekapazität [ $\text{J/kgK}$ ]		900	500
E-Modul [ $\text{MPa}$ ]	3.000	350.000	210.000
Streckgrenze [ $\text{MPa}$ ]	65	-	200
Zugfestigkeit [ $\text{MPa}$ ]	-	-	500
Vickershärte [HV]	-	1.620	200
Gleitreibungskoeffizient	0,32	0,2 - 0,7	0,2 - 0,4

Tabelle A-2: Datensammlung der verwendeten Wandmaterialien

## A-2 Ablaufplan des Scherversuchs

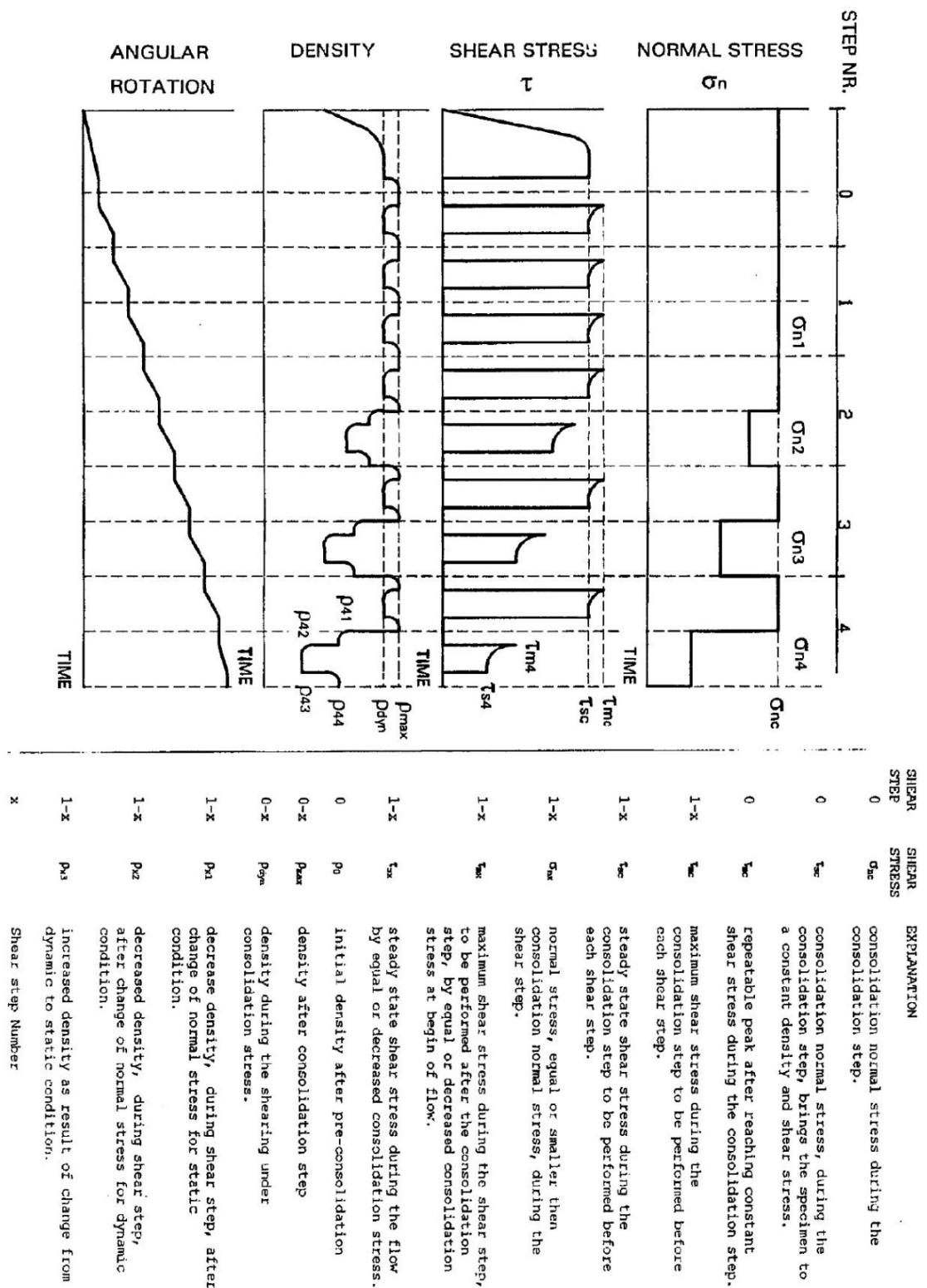
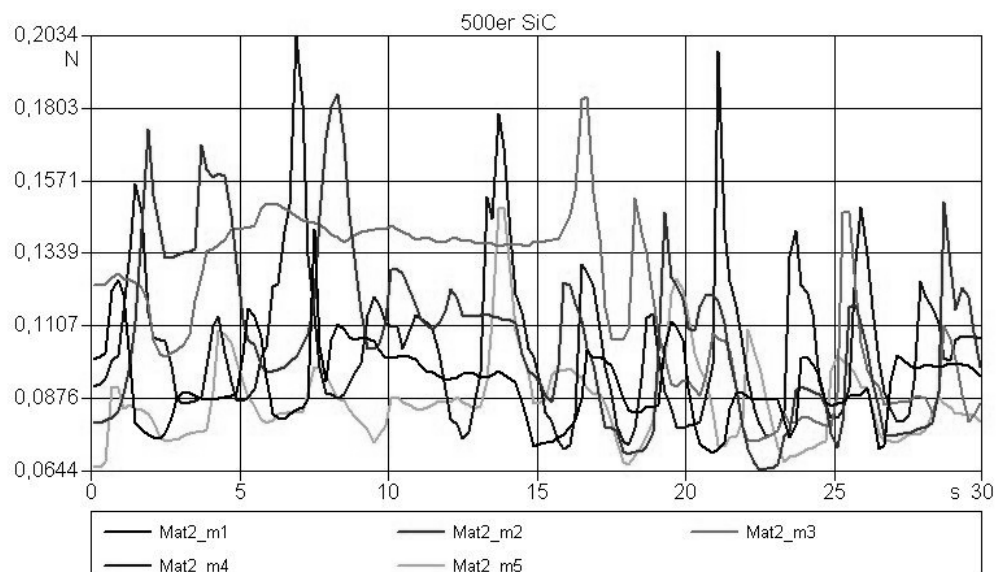


Abbildung A-0-1: Schematische Darstellung und Beschreibung des Ablaufs beim Scherversuch zur Bestimmung der Fließfähigkeit (ASTM D 6682)

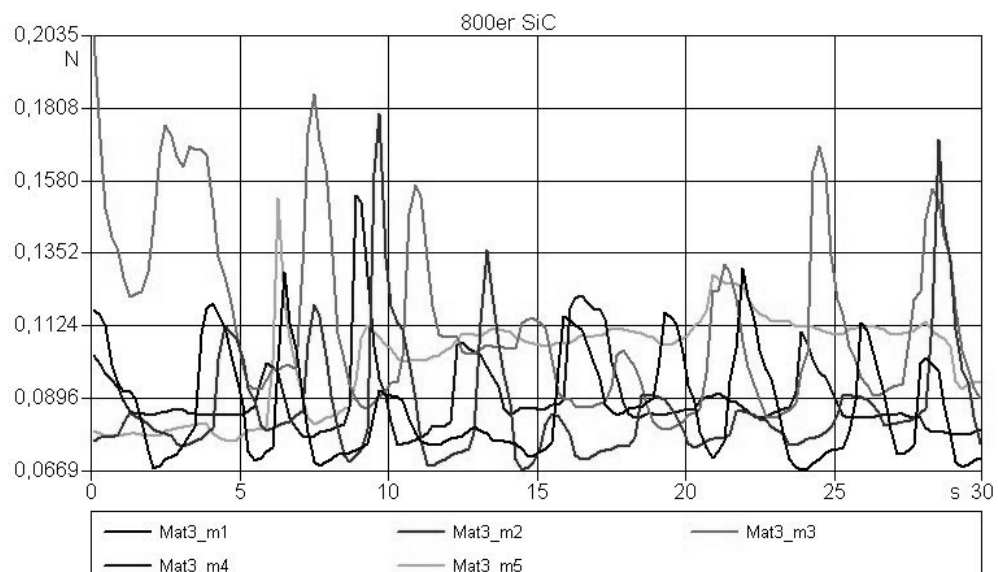
## A-3 Reibversuch



Mittlere Reibkraft-Mat2\_m1: 0,0919 N      Mittlere Reibkraft-Mat2\_m4: 0,1044 N

Mittlere Reibkraft-Mat2\_m2: 0,1072 N      Mittlere Reibkraft-Mat2\_m5: 0,0864 N

Mittlere Reibkraft-Mat2\_m3: 0,1188 N



Mittlere Reibkraft-Mat3\_m1: 0,0864 N      Mittlere Reibkraft-Mat2\_m4: 0,0894 N

Mittlere Reibkraft-Mat2\_m2: 0,0866 N      Mittlere Reibkraft-Mat2\_m5: 0,1020 N

Mittlere Reibkraft-Mat2\_m3: 0,1137 N

Abbildung A-0-2: Beispiel der grafischen Auswertung des Reibversuchs. Die einzelnen Peaks stellen den typischen sprungartigen Widerstand des Stick-Slip-Effekts dar.

## A-4 Auswahlkriterien für DMS

1.	<b>Messaufgabe</b> Primär: Dehnungsmessung Sekundär: experimentelle Spannungsanalyse – Messgrößenaufnehmerbau – Betriebsüberwachung – Sicherheitseinrichtungen
2.	<b>Mechanische Bedingungen an der Messstelle</b>
2.1	<b>Spannungszustand</b> einachsig – zweiachsig – Haupttrichtung bekannt – unbekannt
2.2	<b>Topographie des Spannungsfeldes</b> homogen – inhomogen – schroff veränderlich (Kerbspannungen) Mittelwert- oder Spitzenwertbestimmung
2.3	<b>Art der Beanspruchung</b> statisch: Betrag – Richtung (positiv, negativ) – Anzahl der Belastungen dynamisch: stoßartig – stochastisch – zyklisch – Wechsellast – Schwellast (positiv, negativ) – Amplitude – Anzahl Lastspiele – Messwerte nullpunktbezogen – nicht nullpunktbezogen
2.4	<b>Verhältnis Nutzgröße zu Störgröße</b> z. B. Normalkraft als Nutzgröße mit überlagertem Biegemoment als Störgröße
3.	<b>Nebenbedingungen</b>
3.1	<b>Dauer der Messung</b> einmalig – kurzzeitig – wiederholt kurzzeitig – langfristig – erwünschte Betriebsdauer – erwünschte Lebensdauer der Applikation
3.2	<b>Temperatur</b> Wert – Bereich (vor, während und zwischen den Messungen) – Änderungsgeschwindigkeit – einseitige Strahlung – Wärmedehnungskoeffizient des Bauteilwerkstoffes
3.3	<b>Störeinflüsse</b> Intensität – Einwirkungsdauer
3.3.1	Luftfeuchte – Wasser – Druckwasser – Dampf – Eis
3.3.2	Öl (Transformatorenöl, Parafinöl, Maschinenöl, Hydrauliköl)
3.3.3	Chemikalien (fest, flüssig, gasförmig, aggressiv, inert)
3.3.4	Druck – Vakuum
3.3.5	Elektrische Felder – magnetische Felder – Energiefluss (z. B. Schweißstrom, Blitzschlag)
3.3.6	Energiereiche Strahlung
3.3.7	Äußere Gewalt (Stoß, Schlag, Erddruck, große Beschleunigung)
4.	<b>Elektrische Bedingungen an der Messstelle</b>
4.1	<b>Schaltung der Messstelle</b> Viertelbrücke – Dreileiterschaltung – Halbbrücke – Zweiviertelbrücke – Vollbrücke
4.2	<b>Speisung der DMS</b> Gleichspannung – Wechselspannung (Trägerfrequenz) – Potential gegen Masse (Erde) – Dauer-/Impulsspeisung (Zeit – Tastverhältnis)
4.3	<b>Kabel</b> Länge – Widerstand – Isolation – Kapazität – Beständigkeit gegen äußere Einwirkungen (mechanische, thermische, chemische) – Verbindungselemente (Stecker, Kabeldurchführungen)
5.	<b>Applikationsbedingungen</b>
5.1	<b>Bauteilwerkstoff</b> Bearbeitbarkeit – Klebe- oder ggf. Schweißbarkeit
5.2	<b>Applikationsmöglichkeiten</b> Zugänglichkeit – Einsatz von Sandstrahl o. a. Oberflächenbehandlung – Lösungsmittel- und Temperaturbeständigkeit
5.3	<b>Leitungsführung</b>
5.4	<b>Platzverhältnisse</b> DMS – Kabel – Abdeckmittel – Schutzkappen

Abbildung A-0-3: Übersicht über Auswahlkriterien für DMS [26]

## **Selbstständigkeitserklärung**

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und nur unter Verwendung der angegebenen Literatur und Hilfsmittel angefertigt habe.

Stellen, die wörtlich oder sinngemäß aus Quellen entnommen wurden, sind als solche kenntlich gemacht.

Die vorliegende Arbeit wurde in gleicher oder ähnlicher Form noch keiner anderen Prüfungsbehörde vorgelegt.

Mittweida, den 28.06.2013

Patrick Wienecke